JIHOČESKÁ UNIVERZITA V ČESKÝCH BUDĚJOVICÍCH Pedagogická fakulta Katedra fyziky

# BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

## Fyzikální principy transmisní a skenovací elektronové mikroskopie

Vedoucí práce: RNDr. Stanislav Hucek, Ph.D.

Autor: Tomáš Bílý

#### Anotace

Tato bakalářská práce je zaměřena na popis transmisní a skenovací elektronové mikroskopie. Jsou zde popsány fyzikální principy uplatňující se při tvorbě obrazu v elektronových mikroskopech, jednotlivé vady, jakož i metodika seřízení. Se zřetelem na výuku jsou blíže rozebrány základní části elektronových mikroskopů. Praktické provedení je ukázáno na mikroskopech JEOL: JEM–1010, JSM–7401F, JDM–6300.

#### Abstract

This bachelor thesis focuses on the description of transmission and scanning electron microscopy. It describes physical principles and defects arising during image formation in electron microscopes as well as the methodology of adjustment. The basic parts of electron microscopes are looked into more closely herein with consideration to the lectures. Practical implementation is demonstrated on following microscopes JEOL: JEM-1010, JSM-7401F, JDM-6300.

#### Prohlášení:

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu použité literatury.

Prohlašuji, že v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb. v platném znění souhlasím se zveřejněním své bakalářské práce, a to v nezkrácené podobě elektronickou cestou ve veřejně přístupné části databáze STAG provozované Jihočesku univerzitou v Českých Budějovicích na jejích internetových stránkách.

V Borku .....

Tomáš Bílý .....

## Poděkování:

Tímto bych chtěl poděkovat RNDr. Stanislavu Huckovi, Ph.D. za poskytnuté cenné rady a náměty při vedení této bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Janě Nebesářové, CSc. za praktické poznatky na poli elektronové mikroskopie.

## **Obsah:**

ÚVOD	7
1. ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE	8
1.1. Definice	8
1.1.1 Transmisní elektronová mikroskopie – TEM	8
1.1.2 Skenovací elektronová mikroskopie – SEM	8
1.2. Rozlišovací schopnost	
1.2.1 Vlnová délka – nerelativistická	
1.2.2 Vlnová délka – relativistická	11
1.3. Teoretická rozlišovací schopnost	13
1.3.1 Rozlišovací schopnost podle Abbeho	15
1.3.2 Teoretická rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu.	16
1.4. Zvětšení	19
2. INTERAKCE	
2.1. Elektronový rozptyl	20
2.1.1 Účinný průřez – plocha	21
2.1.2 Účinný průřez – tloušťka	
2.1.3 Diferenciální účinný průřez	22
2.2. Pružný (elastický) rozptyl	25
2.2.1 Pružný rozptyl jednotlivými atomy	25
2.2.2 Pružný kolektivní rozptyl – difrakce	28
2.3. Nepružný (neelastický) rozptyl	
2.3.1 Charakteristické RTG záření	35
2.3.2 Augerovy elektrony	
2.3.3 Brzdné RTG záření	40
2.3.4 Pomalé sekundární elektrony	
2.3.5 Rychlé sekundární elektrony	42
2.3.6 Katodoluminiscence	42
2.3.7 Plazmony	43
2.3.8 Fonony	44

3. ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP – OPTICKÁ SOUSTAVA	
3.1. Elektronové čočky	46
3.1.1 Tenká elektrostatická čočka	46
3.1.2 Tenká elektromagnetická čočka	48
3.1.3 Sférická vada	50
3.1.4 Chromatická vada	51
3.1.5 Osový astigmatismus	
3.1.6 Hloubka ostrosti	53
3.1.7 Provedení magnetické čočky	54
3.2. Osvětlovací systém	55
3.2.1 Emise elektronů (termoemise, autoemise)	55
3.2.2 Kondenzor	60
3.3. Zobrazovací systém TEM	61
3.3.1 Objektiv	61
3.3.2 Projektiv	62
3.3.3 Stínítko	63
3.3.4 Kamera	63
3.4 Zobrazovací systém SEM	66
3.4.1 Vychylovací cívky	66
3.4.2 Objektiv	66
3.4.3 Detektor	67
3.4.4.Obrazovka	69
4. ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP – PROVOZ	
4.1. Režimy TEM	70
4.2. Seřízení TEM	71
4.3. Seřízení SEM	
5. INTERNETOVÁ PREZENTACE	74
ZÁVĚR	
POUŽITÁ LITERATURA – ZDROJE	76
PŘÍLOHA – obrázky elektronových mikroskopů	78

## Úvod

Elektronový mikroskop je znám téměř 80 let, během této doby se stal běžně užívanou a nepostradatelnou součástí v mnoha oborech, přesto jeho vývoj dále pokračuje. Zlepšují se parametry elektronových mikroskopů a stále se hledají účinnější řešení k redukci vad, které jsou založeny na neměnných fyzikálních principech.

Cílem bakalářské práce je nastínění základních fyzikálních principů a technických řešení objevujících se v elektronové mikroskopii.

#### 1. Elektronová mikroskopie

#### **1.1. Definice**

Elektronová mikroskopie je metoda umožňující studium mikrostruktury zkoumaných objektů.

Mikrostruktura je studována ve vakuu pomocí elektronového svazku, který vzniká emisí elektronů z katody, jež jsou dále urychlovány k anodě. Svazek je fokusován vhodně upraveným elektrostatickým, magnetickým nebo elektromagnetickým polem, aby bylo dosaženo požadovaného zvětšení. Elektronový svazek vytváří obraz interakcemi s pozorovaným preparátem. Podle fyzikální tvorby obrazu dělíme elektronovou mikroskopii na dva základní druhy, transmisní elektronovou mikroskopii a skenovací elektronovou mikroskopii.

#### 1.1.1 Transmisní elektronová mikroskopie - TEM

Elektrony pronikají pozorovaným preparátem a interakcemi s ním jsou odchylovány od původního směru, jímž se pohyboval hlavní svazek. Většina odchýlených elektronů je pomocí clony ze svazku vyloučeno. Obraz je tvořen dopadem převážně neodchýlených elektronů na zobrazovací systém. Zobrazovacím systémem může být stínítko z luminiscenčního materiálu, na kterém se vytvoří kruhový obraz. Výsledným obrazem je průmět vnitřní struktury preparátu do plochy.

Ernest Ruska v letech 1928 - 1933 navrhl elektromagnetickou čočku a roku 1931 sestavil první transmisní elektronový mikroskop, za jehož objev dostal v roce 1986 Nobelovu cenu za fyziku.

#### 1.1.2 Skenovací elektronová mikroskopie - SEM

Elektrony dopadají na pozorovaný preparát a interakcí s hmotou vyráží ze vzorku elektrony. Tyto elektrony jsou pomocí vhodného potenciálu přitahovány na detektory, které vytváří signál upravený pro zpracování v zobrazovacím systému. Zobrazovacím systémem může být obrazovka, na které se vytváří příslušný obraz vzniklý rastrováním elektronového paprsku po snímané ploše. Výsledným obrazem je snímek, který zachycuje povrchovou strukturu preparátu.

Vynález rastrovacího principu se připisuje fyziku Manfredu Ardene, který jej publikoval roku 1938. Rastrovací princip byl použit v transmisním elektronovém mikroskopu - STEM. Zworykin poprvé použil roku 1942 rastrovací princip ve spojení s detekcí vyražených elektronů pomocí fotonásobiče.

#### 1.2. Rozlišovací schopnost

Rozlišovací schopnost optické soustavy je nejmenší vzdálenost dvou bodů v obraze vhodného objektu, které můžeme rozeznat jako oddělené.

V prvním přiblížení problematiky je možno říci, že pro rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu je určující vlnová délka urychlených elektronů, protože z vlnového pohledu objekty menší než je vlnová délka nemohou být v obraze patrny.

#### 1.2.1 Vlnová délka - nerelativistická

Vlnová délka je dána vztahem (1) Louise de Broglieho, který popisuje pohybující se elektron průvodní vlnou s vlnovou délkou  $\lambda$ .

$$\lambda = \frac{\mathbf{h}}{p} = \frac{\mathbf{h}}{m \cdot v},\tag{1}$$

kde: *h* je Planckova konstanta *p* je hybnost částice *m* je hmotnost částice *v* je rychlost částice

Rychlost elektronu je určena elektrickým polem *E*, které jej jako záporně nabitou částici urychluje. Uvažujeme prozatím homogenní elektrické pole vznikající rozdílem potenciálu  $\varphi_1$ ,  $\varphi_2$  mezi anodou a katodou, který odpovídá urychlovacímu napětí *U* viz obr. 1. Velikost urychlovacího napětí je pak jedním ze základních parametrů elektronového mikroskopu.



Obr. 1: Elektron v elektrickém poli

Potenciální energie elektronu  $E_p(2)$  v elektrickém poli.

$$E_{\rm p} = e \cdot \left(\varphi_1 - \varphi_2\right) = e \cdot U , \qquad (2)$$

kde:eje náboj elektronu $\varphi_1, \varphi_2$ je potenciál elektrického poleUje urychlovací napětí

Kinetická energie elektronu  $E_k(3)$ , je dána výrazem

$$E_{\rm k} = \frac{1}{2}mv^2 \,. \tag{3}$$

Porovnáním potenciální energie elektronu  $E_p$  v elektrickém poli s jeho kinetickou energií  $E_k$  lze vypočítat rychlost v (4), na kterou jej může elektrické pole maximálně urychlit.

$$E_{\rm p} = E_{\rm k} \implies v = \sqrt{\frac{2eU}{m}}$$
 (4)

Dosazením rychlosti v z rovnice (4) do de Broglieho rovnice (1) se získá vztah pro výpočet vlnové délky (5) elektronu urychleného elektrickým polem.

$$\lambda = \frac{\mathbf{h}}{m \cdot v} = \frac{\mathbf{h}}{m \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot eU}{m}}} = \frac{\mathbf{h}}{\sqrt{2meU}}$$
(5)

#### 1.2.2 Vlnová délka - relativistická

Vlnová délka podle rovnice (5) platí dostatečně přesně pro elektrony urychlené napětím U < 100kV, dále již nelze zanedbávat relativistický efekt. Pro výpočet relativistické hodnoty vlnové délky se vychází z rovnice Alberta Einsteina (6, 7) pro kinetickou energii  $E_k$  tělesa, jež se rovná přírůstku jeho hmotnosti v důsledku relativistického pohybu tělesa násobeného čtvercem rychlosti světla.

$$E_{\rm k} = mc^2 - m_0 c^2 \tag{6}$$

$$E_{\rm k} = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}} c^2 - m_0 c^2 \tag{7}$$

V rovnici (6, 7) je c rychlost světla ve vakuu,  $m_0$  hmotnost částice v klidu a m je relativistická hmotnost pohybující se částice. Člen  $mc^2$  vyjadřuje celkovou energii tělesa E a člen  $m_0c^2$  je klidová energie tělesa  $E_0$ . V rovnici (7) je rozepsána relativistická hmotnost na základě rychlosti pohybu částice. Aby bylo možno dosadit do rovnice (1), je potřeba vyjádřit relativistickou hmotnost z rovnice (6)

$$E_{\rm k} = mc^2 - m_0 c^2 \implies mc^2 = E_{\rm k} + m_0 c^2 \implies m = \frac{E_{\rm k} + m_0 c^2}{c^2} = \frac{E_{\rm k}}{c^2} + m_0$$
(8)

a rychlost pohybujícího se elektronu z rovnice (7).

$$E_{\rm k} = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}} c^2 - m_0 c^2 \implies E_{\rm k} + m_0 c^2 = \frac{m_0 c^2}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}} \implies 1 - \frac{v^2}{c^2} = \left(\frac{m_0 c^2}{E_{\rm k} + m_0 c^2}\right)^2$$

$$\frac{v^2}{c^2} = 1 - \left(\frac{m_0 c^2}{E_{\rm k} + m_0 c^2}\right)^2 \implies v = c \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{m_0 c^2}{E_{\rm k} + m_0 c^2}\right)^2} \tag{9}$$

Z rovnice (8) se použije vyjádřená hmotnost a z rovnice (9) se dosadí rychlost do rovnice (1):

$$\lambda = \frac{\mathbf{h}}{m \cdot v} \Longrightarrow \lambda_{\text{rel}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}}}{\mathbf{c}^2} + m_0\right) \cdot \mathbf{c} \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{\mathbf{c}^2}\right) \cdot \mathbf{c} \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{\mathbf{c}^2}\right) \cdot \mathbf{c} \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{\mathbf{c}^2}\right) \cdot \mathbf{c} \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{\mathbf{c}^2}\right) \cdot \mathbf{c} \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}{E_{\text{k}} + m_0 \mathbf{c}^2}\right)^2}} = \frac{\mathbf{h}}{\left(\frac{E_{\text{k}}$$

$$=\frac{h}{\left(\frac{E_{k}+m_{0}c^{2}}{c}\right)\cdot\sqrt{1-\left(\frac{m_{0}c^{2}}{E_{k}+m_{0}c^{2}}\right)^{2}}}=\frac{h}{\sqrt{\left(\frac{E_{k}+m_{0}c^{2}}{c}\right)^{2}-\left(\frac{E_{k}+m_{0}c^{2}}{c}\right)^{2}\cdot\left(\frac{m_{0}c^{2}}{E_{k}+m_{0}c^{2}}\right)^{2}}}=$$

$$=\frac{h}{\sqrt{\frac{\left(E_{k}+m_{0}c^{2}\right)^{2}}{c^{2}}-\frac{\left(m_{0}c^{2}\right)^{2}}{c^{2}}}}=\frac{h}{\sqrt{\frac{E_{k}^{2}+2E_{k}\cdot m_{0}c^{2}+\left(m_{0}c^{2}\right)^{2}-\left(m_{0}c^{2}\right)^{2}}{c^{2}}}}=$$

$$= \frac{h}{\sqrt{\frac{E_{k}^{2} + 2E_{k} \cdot m_{0}c^{2}}{c^{2}}}} = \frac{h}{\sqrt{\frac{E_{k}^{2}}{c^{2}} + 2E_{k}m_{0}}} = \frac{h}{\sqrt{2E_{k}m_{0}} \cdot \left(\frac{E_{k}}{2m_{0}c^{2}} + 1\right)}}$$
(10)

Naposledy se dosadí do rovnice (10) za  $E_k$  z rovnice (2)  $E_p$ , které jsou si rovny a vyjde vztah pro relativistickou vlnovou délku elektronu (11) urychleného urychlovacím napětím.

$$\lambda_{\rm rel} = \frac{\rm h}{\sqrt{2E_{\rm k}m_{\rm 0}\cdot\left(1 + \frac{E_{\rm k}}{2m_{\rm 0}{\rm c}^2}\right)}} = \frac{\rm h}{\sqrt{2m_{\rm 0}eU\cdot\left(1 + \frac{eU}{2m_{\rm 0}{\rm c}^2}\right)}}$$
(11)

Pro další výklad je podstatné si uvědomit, že energie, vlnová délka a rychlost elektronu jsou spolu navzájem spjaty výše uvedenými vztahy a z hodnoty jedné veličiny lze vypočítat ostatní.

V tabulkách 1.1 a 1.2 je uvedena pro dané urychlovací napětí příslušná vlnová délka a rychlost elektronů jak relativisticky, tak dle klasické fyziky.

U	[kV]	0,15	0,25	0,50	1	5	10	15	25	30
λ	[pm]	100,15	77,58	54,86	38,79	17,35	12,27	10,02	7,76	7,08
$\lambda_{rel}$	[pm]	100,15	77,57	54,84	38,77	17,31	12,21	9,94	7,66	6,98
$v \rightarrow$	$(10^8 [{\rm ms}^{-1}])$	0,07	0,09	0,13	0,19	0,42	0,59	0,73	0,94	1,03
$v_{rel} \times$	$(10^8 [{\rm ms}^{-1}])$	0,07	0,09	0,13	0,19	0,42	0,58	0,71	0,91	0,98

Tabulka 1.1: Vlnové délky při urychlovacích napětích používaných v SEM

Tabulka 1.2: Vlnové délky při urychlovacích napětích používaných v TEM

U	[kV]	80	90	100	110	120	200	500	1000	3000
λ	[pm]	4,34	4,09	3,88	3,70	3,54	2,74	1,73	1,23	0,71
$\lambda_{\rm rel}$	[pm]	4,18	3,92	3,70	3,51	3,35	2,51	1,42	0,87	0,36
v	$\times 10^{8}  [\text{ms}^{-1}]$	1,68	1,78	1,88	1,97	2,05	2,65	-	-	-
v <sub>rel</sub> >	$\times 10^{8}  [\text{ms}^{-1}]$	1,51	1,58	1,64	1,70	1,76	2,09	2,59	2,82	2,97

kde: U je urychlovací napětí mezi katodou a anodou

- $\lambda$  je nerelativistická vlnová délka průvodní vlny elektronu
- $\lambda_{rel}$  je relativistická vlnová délka průvodní vlny elektronu
- v je nerelativistická rychlost elektronu
- v<sub>rel</sub> je relativistická rychlost elektronu

Z tabulek 1.1 a 1.2 je vidět, že již při 150 V urychlovacího napětí by bylo možno pozorovat jednotlivé atomy, u nichž se udává přibližná velikost v řádu  $1 \times 10^{-10}$  m, V zejména starší literatuře je možno se setkat s jednotkou délky 1 Å – Angström, která není jednotkou SI.

#### 1.3. Teoretická rozlišovací schopnost

Teoretická rozlišovací schopnost je maximální možná rozlišovací schopnost, jaké může dosáhnout reálný elektronový mikroskop, když započítáme vliv vad.

Začne-li se uvažovat difrakce, potom průchodem vlnění štěrbinou vznikají interferenční minima a maxima znázorněná na obr. 2. U těchto maxim klesá intenzita směrem od středu až do úplného zaniknutí.



Obr. 2: Difrakce na štěrbině

Pokud se jedná o kruhovou štěrbinu, vytvářejí interferenční maxima Airyho disky (podle sira George Biddell Airyho) zachycené na obr. 3, křivka znázorňuje průběh intenzity.



Obr. 3: Airyho disky vzniklé difrakcí na kruhové štěrbině

Z Airyho disků stanovil Ernest Abbe vztah pro výpočet rozlišovací schopnosti objektivu světelného mikroskopu.

#### 1.3.1 Rozlišovací schopnost podle Abbeho

Zobrazením bodového objektu pomocí optické soustavy vznikají difrakcí na okraji čočky nebo clony Airyho disky. Přiblížením obrazů dvou bodů k sobě tak, že se centrální maximum jednoho bodu překrývá s prvním minimem druhého bodu, dochází k interferenci znázorněné na obr. 4.



Obr. 4: Interference intenzit dvou bodů

Rozdíl intenzity centrálního maxima a interferenčního maxima je 19 %, tento rozdíl odpovídá minimální vzdálenosti dvou bodů, kdy je ještě možno je rozeznat jako oddělené. Na základě tohoto kriteria (Rayleighovo kriterium - John William Strutt) stanovil Ernst Abbe vztah (12) pro výpočet rozlišovací schopnosti světelného mikroskopu d.(Je třeba si uvědomit, že d je zároveň poloměr rozptylového disku způsobeného difrakcí)

$$d = \frac{0.61 \cdot \lambda}{n \cdot \sin \alpha_0} \tag{12}$$

kde:  $\lambda$  je vlnová délka použitého světla n je index lomu prostředí před objektivem  $\alpha_0$  je úhlová apertura – vyznačena na obr. 5



Obr. 5: Aperturní úhel

Ve vztahu (12) se člen  $n \sin \alpha_0$  nazývá numerická apertura (NA). U nejkvalitnějších objektivů bývá (~ 1,3 – 1,4), čehož se dosahuje změnou prostředí před objektivem, například použitím kapaliny. S touto hodnotou NA jsou světelné mikroskopy, po korekci optických vad schopny teoretického rozlišení přibližně poloviny vlnové délky použitého světla.

#### 1.3.2 Teoretická rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu

Teoretická rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu je ovlivněna vadami čoček:

1.	sférická vada	- čím větší je vzdálenost pohybujících se elektronů od
		paraxiální dráhy (dráha podél optické osy), tím jsou
		fokusovány do menší ohniskové vzdálenosti
2.	chromatická vada	- je tvořena kolísáním urychlovacího napětí, elektrony
		nemají stejnou energii
3.	osový astigmatismus	- nehomogenita čočky vytváří namísto kulatého
		průřezu primárního svazku průřez eliptický

Osový astigmatismus i chromatickou vadu lze zmenšovat natolik, že je lze zanedbat, až dokonce zcela odstranit. Sférickou vadu není možno zcela odstranit, lze ji pouze korigovat aperturní clonou. Pro teoretickou rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu je nejpodstatnější velikost sférické vady v objektivu.

Korekce sférické vady se děje pomocí aperturní objektivové clony, kterou je měněna maximální úhlová apertura  $\alpha_0$ . Projevem sférické vady je ve výsledném obrazu rozptylový disk, jehož poloměr  $\delta_{sf}$  lze určit rovnicí (13).

$$\delta_{\rm sf} = C_{\rm sf} \cdot \alpha_0^3, \tag{13}$$

## kde $C_{sf}$ je konstanta sférické vady $\alpha_0$ je úhlová apertura objektivu

Sférickou vadu lze korigovat do té míry, kdy rozptylový disk má srovnatelný poloměr s rozptylovým diskem způsobeným difrakcí na cloně. Poloměr rozptylového disku  $\delta_{dif}$  (14) lze vypočítat z Abbeho vztahu (12). Index lomu v Abbeho vztahu lze zanedbat a položit rovný jedné, člen sin  $\alpha_0$  lze přepsat na  $\alpha_0$ , protože vlivem korekce sférické vady (clonou) se velikost aperturní úhlu pohybuje do 5°.

$$\delta_{\rm dif} = \frac{0.61 \cdot \lambda}{\alpha_0} \tag{14}$$

Porovnáním vztahů (13) a (14) se vypočítá optimální aperturní úhel  $\alpha_{opt}$  (15).

$$\delta_{\rm sf} = \delta_{\rm dif} \implies C_{\rm sf} \cdot \alpha_0^3 = \frac{0.61 \cdot \lambda}{\alpha_0} \implies \alpha_0^4 = 0.61 \cdot \frac{\lambda}{C_{\rm sf}} \implies$$
$$\alpha_{\rm opt} = \sqrt[4]{0.61} \cdot \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_{\rm sf}}} = A \cdot \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_{\rm sf}}} \qquad (15)$$

Dosazením  $\alpha_{opt}$  (15) do rovnice (14) se vypočítá teoretická rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu  $\delta_{teor}$  (16).

$$\delta_{\text{teor}} = \frac{0.61 \cdot \lambda}{\alpha_0} = \frac{0.61 \cdot \lambda}{\alpha_{\text{opt}}} = \frac{0.61 \cdot \lambda}{A \cdot \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_{\text{sf}}}}} \Rightarrow$$

$$\delta_{\text{teor}}^4 = \left(\frac{0.61}{A}\right)^4 \cdot \frac{\lambda^4}{\frac{\lambda}{C_{\text{sf}}}} = \left(\frac{0.61}{A}\right)^4 \cdot \lambda^3 \cdot C_{\text{sf}} \Rightarrow \delta_{\text{teor}} = B \cdot \sqrt[4]{\lambda^3 \cdot C_{\text{sf}}} \tag{16}$$

Konstanty A, B se liší podle způsobu odvození na základě vzájemného působení optických vad, nejčastěji používané hodnoty jsou A = 1,13 a B = 0,56. Konstanta sférické vady má obvyklé hodnoty 1 - 5 mm.

V tabulkách 2.1 a 2.2 je uvedena pro dané urychlovací napětí příslušná vlnová délka a jí odpovídající úhlová apertura a teoretická rozlišovací schopnost (teoretická rozlišovací schopnost v SEM je především dána průměrem stopy paprsku, který skenuje po vzorku).

U	[kV]	0,15	0,25	0,50	1	5	10	15	25	30
λ	[pm]	100,15	77,58	54,86	38,79	17,35	12,27	10,02	7,76	7,08
$\alpha_{opt}  imes \gamma$	10 <sup>-2</sup> [rad]	1,42	1,33	1,22	1,12	0,92	0,84	0,80	0,75	0,73
$\delta_{ ext{teor}}$	[nm]	4,46	3,68	2,84	2,19	1,20	0,92	0,79	0,65	0,61

Tabulka 2.1: Teoretická rozlišovací schopnost při napětích používaných v SEM

	/ 1 / *	Y Y 1	V/ / 1	
Labulka / / Laoraticka rozlicova	1 cohonnoct nr	nonotion	nouzivonveh	<b>X7 H N</b> /
-1 adulka 2.2. LEULEULKA LUZHSUVAL	I SCHODHOSEDE			
	- semopriose pri			

U	[kV]	80	90	100	110	120	200	500	1000	3000
$\lambda_{ m rel}$	[pm]	4,18	3,92	3,70	3,51	3,35	2,51	1,42	0,87	0,36
$lpha_{ m opt} imes$ 1	0 <sup>-3</sup> [rad]	6,42	6,32	6,23	6,15	6,08	5,65	4,91	4,34	3,47
$\delta_{ ext{teor}}$	[nm]	0,41	0,39	0,38	0,36	0,35	0,28	0,18	0,13	0,07

Z tabulek 2.1 a 2.2 je patrno, že optimální úhlová apertura se obvykle pohybuje u elektronových mikroskopů v řádech ~ $10^{-3}$  rad (při C<sub>sf</sub> = 4mm). U světelného mikroskopu, který má relativně velký aperturní úhel, je teoretické rozlišení přibližně polovina vlnové délky. Pak u elektronového mikroskopu se teoretické rozlišení na základě aperturního úhlu a sférické vady zhoršuje oproti vlnové délce o několik řádů.

#### 1.4. Zvětšení

Zvětšení (17) elektronového mikroskopu je udáváno jako tzv. užitečné zvětšení, které vychází z poměru rozlišovací schopnosti oka  $\delta_0$  a maximální rozlišovací schopnosti mikroskopu  $\delta_m$ .

$$Z = \frac{\delta_{o}}{\delta_{m}}$$
(17)

Rozlišovací schopnost oka se udává jako úhel, u zdravého člověka je to jedna minuta. Dohodou byla stanovena konvenční rozlišovací schopnost oka  $\delta_0 = 0,25$  mm, která odpovídá rozestupu mez dvěma body, pozorovanými ze vzdálenosti 25 cm.

Pro příklad transmisní elektronový mikroskop JEOL JEM–1010 (urychlovací napětí U = 40 - 100 kV) dosahuje rozlišení  $\delta_{\rm m} \sim 0,4$  nm, které odpovídá užitečnému zvětšení  $Z = 625\ 000.$   $\left(Z = \frac{\delta_{\rm o}}{\delta_{\rm m}} = \frac{2,5 \times 10^{-4}}{0,4 \times 10^{-9}} = 625\ 000\right)$ 

#### 2. Interakce

Aby mohl elektronový mikroskop zobrazit výsledný obraz, musí elektronový svazek interagovat s preparátem. Výsledkem interakce je některý ze signálů naznačených na obr. 6, jež nesou zobrazovanou informaci o mikrostruktuře. Obecně lze říci, že signály v horní části preparátu jsou užitečné především pro SEM a signály prošlých elektronů tvoří obraz v TEM. Interakcí je míněn v nejobecnějším pojetí elektronový rozptyl.



Obr. 6: Možné interakce elektronů se vzorkem

#### 2.1. Elektronový rozptyl

Elektronový rozptyl lze rozdělit podle několika hledisek znázorněných na diagramu - obr 7.



Obr. 7: Rozdělení elektronového rozptylu

Elasticita rozptylu závisí na tom, zda elektron při interakci ztratí svoji energii. Elektrony jsou koherentní v určitém rozsahu hodnot vlnové délky, proto se mohou vyskytovat i elasticky rozptýlené nekoherentní elektrony. Směr rozptylu je patrný na obr. 6. Jako dopředný je brán rozptyl ve směru primárního elektronového svazku. Vícenásobný rozptyl je takový, jenž je tvořen více než jednou interakcí. V TEM je vícenásobný rozptyl nežádoucí, protože snižuje kvalitu obrazu (kontrast, jas). Fyzikálně je rozptyl popisován pomocí účinného průřezu.

## 2.1.1 Účinný průřez - plocha

Účinný průřez  $\sigma$  vyjadřuje celkovou pravděpodobnost výskytu srážkové události. Vypočítáme jej podle vztahu (18), kde *r* je efektivní poloměr rozptylového centra, který nabývá určitou hodnotu pro každý rozptylový proces - elastický, neelastický. Pro představu jej lze chápat jako aktivní plochu částice v níž nastane srážka.

$$\sigma = \pi r^2 \tag{18}$$

Totální účinný průřez  $\sigma_T$  je součtem elastického  $\sigma_{elast}$  a neelastického  $\sigma_{neelast}$  účinného průřezu (19).

$$\sigma_{\rm T} = \sigma_{\rm elast} + \sigma_{\rm neelast} \tag{19}$$

## 2.1.2 Účinný průřez - tloušťka

Místo jedné částice je uvažován materiál, v němž je N atomů podle rovnice (20).

$$N \cdot A = \mathbf{N}_0 \cdot \boldsymbol{\rho} \,, \tag{20}$$

kde: A je atomová hmotnost dané látky

N<sub>0</sub> je Avogadrova konstanta

 $\rho$  je hustota dané látky

Pro účinný totální průřez  $Q_T$  bude platit vztah (21), který udává počet rozptylových událostí na jednotku vzdálenosti.

$$Q_{\rm T} = N \cdot \sigma_{\rm T} = \frac{N_0 \cdot \rho \cdot \sigma_{\rm T}}{A} \tag{21}$$

Má li vzorek tloušťku t, pak pravděpodobnost srážky p ve vzorku bude dána rovnicí (22), kde  $\rho t$  se nazývá hmotnostní tloušťka.

$$p = Q_{\rm T} \cdot t = \frac{N_0 \cdot \sigma_{\rm T} \cdot (\rho t)}{A}$$
(22)

V tomto vztahu (22) je vidět podstatná souvislost. Změna tloušťky nebo hustoty mají (každá z nich) stejný účinek na výslednou pravděpodobnost srážky. Tato souvislost je vidět i ze vzorce (23) pro střední volnou dráhu  $\lambda$ .

$$\lambda = \frac{1}{Q_{\rm T}} = \frac{A}{N_0 \cdot \sigma_{\rm T} \cdot \rho} \tag{23}$$

Střední volná dráha udává průměrnou vzdálenost, kterou urazí elektron mezi dvěma srážkami a je určující pro tloušťku preparátu.

#### 2.1.3 Diferenciální účinný průřez

Diferenciální účinný průřez popisuje úhlové rozdělení rozptylu elektronů, nebo-li pravděpodobnost, že elektron bude rozptýlen do prostorového úhlu d $\Omega$ . Lze jej nalézt v tabulkách a je hojně využíván pro počítačové simulace rozptylu elektronů pomocí metody Monte Carlo (algoritmy pro simulaci fyzikálních procesů za použití pseudonáhodných čísel).

Elektrony jsou rozptylovány pod úhlem  $\theta$  do prostorového úhlu  $\Omega$ , přírůstek d $\theta$  odpovídá přírůstku prostorového úhlu d $\Omega$ , jak je patrno z obr. 8.



Mezi prostorovým úhlem  $\Omega$  a úhlem rozptylu  $\theta$  platí geometrický vztah (24).

$$\Omega = 2\pi \cdot (1 - \cos\theta) \tag{24}$$

Derivací rovnice (24) podle  $\theta$  se získá diferenciál úhlu  $\Omega$  (25)

$$\frac{\mathrm{d}\Omega}{\mathrm{d}\theta} = \frac{\mathrm{d}\left(2\pi(1-\cos\theta)\right)}{\mathrm{d}\theta} = 2\pi\cdot\sin\theta \tag{25}$$

Úpravou rovnice (25) d $\sigma$  dostáváme vztah (26) pro diferenciální účinný průřez $\frac{d\sigma}{d\Omega}.$ 

$$\frac{\mathrm{d}\Omega}{\mathrm{d}\theta} = 2\pi \cdot \sin\theta$$

$$\frac{1}{\mathrm{d}\Omega} = \frac{1}{2\pi \cdot \sin\theta} \cdot \frac{1}{\mathrm{d}\theta}$$

$$\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}\Omega} = \frac{1}{2\pi \cdot \sin\theta} \cdot \frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}\theta}$$
(26)

Integrací vztahu (26) lze vypočítat celkový účinný průřez (27). Meze integrálu se řídí faktem, že úhel rozptylu může nabývat hodnoty od 0 do  $\pi$  radiánů.

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{2\pi \cdot \sin\theta} \cdot \frac{d\sigma}{d\theta} \implies d\sigma = \frac{d\sigma}{d\Omega} \cdot 2\pi \cdot \sin\theta \cdot d\theta$$
$$\sigma = \int_{0}^{\pi} d\sigma = 2\pi \cdot \int_{0}^{\pi} \frac{d\sigma}{d\Omega} \cdot \sin\theta \cdot d\theta$$
(27)

Na obr. 9 jsou vykresleny trajektorie elektronů o energii 100 keV procházejících měděným terčíkem. Simulace je vytvořena pomocí metody Monte Carlo. Z výsledku je patrno, že se zvětšujícím se úhlem rozptylu klesá hodnota výsledku účinného průřezu. Čím větší je úhel rozptylu, tím méně je do tohoto úhlu rozptýleno elektronů.



Obr. 9: Trajektorie 100 keV elektronů v měděném terčíku

#### 2.2. Pružný (elastický) rozptyl

Pružný rozptyl lze uvažovat ve dvou formách:

- 1. Jednoduchý rozptyl jednotlivými atomy částicová úvaha (pružné srážky)
  - A) Elektron interaguje s elektronovým obalem, výsledkem je malý úhel rozptylu
  - B) Elektron proniká elektronovým obalem a interaguje s jádrem, výsledkem je velký úhel rozptylu

Obě tyto interakce by měly být nazývány téměř pružným rozptylem, protože ve skutečnosti dochází k jistým, poměrně malým ztrátám energie. Například interakce s jádrem vytváří brzdné rentgenové záření.

2. Elektronová vlna interaguje s preparátem jako celek - vlnová úvaha (difrakce)

#### 2.2.1 Pružný rozptyl jednotlivými atomy

Celková pravděpodobnost výskytu srážky primárního elektronu s elektronem v preparátu  $\sigma_e$  se řídí podle vztahu (28) a s jádrem  $\sigma_i$  se řídí podle vztahu (29).

$$\sigma_{\rm e} = \pi \cdot r_{\rm e}^2 \sim \pi \cdot \left(\frac{e}{U \cdot \theta \cdot \varepsilon_0}\right)^2, \tag{28}$$

$$\sigma_{j} = \pi \cdot r_{j}^{2} \sim \pi \cdot \left(\frac{Z \cdot e}{U \cdot \theta \cdot \varepsilon_{0}}\right)^{2}, \qquad (29)$$

kde:  $r_{\rm e}$  je efektivní poloměr elektronu

- $r_{\rm j}$  je efektivní poloměr jádra
- e je náboj elektronu
- Z je atomové číslo
- U je urychlovací napětí mezi katodou a anodou
- $\epsilon_0$  je permitivita vakua

Ze vztahů (28), (29) je vidět, že rozptyl elektronem je funkcí energie primárního svazku a rozptyl jádrem je navíc funkcí  $\left(\frac{Z}{U}\right)^2$ .

Pro rozptyl elektronů atomovým jádrem lze analogicky použít Rutherfordův diferenciální účinný průřez (30), který byl odvozen pro částice  $\alpha$  zpětně se odrážejících od tenké kovové fólie. Základním předpokladem pro Rutherfordův rozptyl je, že elektron neztratí značnou energii během neelastických procesů, primární energie elektronu *E* je zachována. Stejně jako pro částice  $\alpha$ , čím menší je náměrná vzdálenost elektronu *b* od jádra, tím větší je úhel rozptylu - obr. 10.



Obr. 10: Rozptyl elektronů na atomu

$$\frac{\mathrm{d}\sigma(\theta)}{\mathrm{d}\Omega} = \frac{e^4 \cdot Z^2}{16 \cdot (4\pi\varepsilon_0)^2 \cdot E^2 \cdot \sin^4\frac{\theta}{2}}$$
(30)

Integrací vztahu (30) v příslušných mezích lze dospět ke vztahu (29). Toto vyjádření (30) počítá pouze s působením Coulombovské síly mezi jádrem a přibližujícím se elektronem, která způsobuje velký úhel rozptylu  $\theta > 5^{\circ}$ . Elektron pohybující se po dráze 1 na obr. 10 je odkloněn převážně interakcemi s elektronovým obalem. Elektrony pohybující se po drahách 2 a 3 začínají být na základě zmenšující se náměrné vzdálenosti stále více ovlivňovány jádrem, protože elektrony v obalu atomu nezastiňují elektrické pole jádra. Stínící efekt elektronového obalu je možno zahrnout jako  $\theta_0$  – rovnice (31).

$$\frac{\mathrm{d}\sigma(\theta)}{\mathrm{d}\Omega} = \frac{e^4 \cdot Z^2}{16 \cdot (4\pi\varepsilon_0)^2 \cdot E^2} \cdot \frac{1}{\left[\sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right) + \sin^2\left(\frac{\theta_0}{2}\right)\right]^2}$$
(31)

Stínící parametr  $\theta_0$  je dán rovnicí (32). Stínící efekt snižuje míru rozptylu (úhel rozptylu bude menší). Pokud bude rozptylový úhel větší než  $\theta_0$ , potom lze zanedbat interakce s elektronovým obalem a interakce s jádrem jsou dominantní. Hodnota  $\theta_0$  při 100 keV je ~ 5° pro Cu a pro lehčí prvky menší. Obecně je udáváno, že do 5° se jedná o rozptyl převážně elektronovým obalem a nad 5° se jedná o Rutherfordův rozptyl.

$$\frac{\theta_0}{2} = \frac{0.117 \cdot \sqrt[3]{Z}}{\sqrt{E}},\tag{32}$$

kde E je energie primárního svazku v keV

Doposud se jednalo o nerelativistické účinné průřezy, rovnici (31) lze vyjádřit relativisticky pomocí kvantové mechaniky.

Problematika účinných průřezů je ještě mnohem složitější. Pro co nejreálnější simulace je Rutherfordův účinný průřez rozšiřován o hlediska, které započítávají interakce přirozené vlny elektronu. Podstatné je, že na základě účinných průřezů vyplynuly souvislosti mezi úhlem a mechanismem rozptylu naznačené na obr. 11.



Obr. 11: Úhlové rozdělení prošlých elektronů

Dále je patrna vazba mezi pravděpodobností srážky a energií primárního svazku, která velmi ovlivňuje interakci elektron-elektron a méně interakci elektron-jádro, kterou největší měrou řídí atomové číslo. Pro přípravu mikroskopických preparátů je také podstatná závislost interakce na tloušťce a hustotě.

#### 2.2.2 Pružný kolektivní rozptyl - difrakce

Atomový rozptylový faktor  $f(\theta)$  popisuje rozptyl z vlnového hlediska a je doplňkový k Rutherfordovu srážkovému průřezu, protože se nejvíce uplatňuje při rozptylu v nízkých úhlech (< 5°), kde je Rutherfordův model nevhodný.

- $f(\theta)$  je amplituda elektronové vlny rozptýlené na izolovaném atomu
- $|f(\theta)|^2$  je rozptylová intenzita pro daný směr

Atomový rozptylový faktor je spojen s diferenciálním účinným průřezem vztahem (33) a je definován rovnicí (34)

$$\left|f(\theta)\right|^{2} = \frac{\mathrm{d}\sigma(\theta)}{\mathrm{d}\Omega}$$
(33)

$$f(\theta) = \frac{\left(1 + \frac{E_0}{E}\right)}{8\pi^2 a_0} \cdot \left(\frac{\lambda}{\sin\frac{\theta}{2}}\right)^2 \cdot \left(Z - f_X\right),\tag{34}$$

kde:  $E_0$  je klidová energie elektronu

*E* je energie primárního svazku

- $f_X$  je rozptylový faktor pro RTG (Rentgenovo) záření
- a<sub>0</sub> Bohroův poloměr vodíkového atomu

Atomový rozptylový faktor obsahuje komponenty elastického rozptylu způsobeného jádrem v podobě atomového čísla a elastického rozptylu způsobeného elektronovým obalem v podobě rozptylového faktoru pro RTG záření. Obrázek 12 znázorňuje rovinnou vlnu tvořenou primárním svazkem elektronů, která postupuje naznačeným směrem a interaguje s rozptylovým centrem, kolem kterého vzniká kulová rozptylová vlna. Tato vlna pak interferuje s původní rovinnou vlnou.



Obr. 12: Interakce rovinné vlny s rozptylovým centrem

Primární elektronový svazek lze popsat vztahem (35) jako rovinnou vlnu amplitudy  $\psi$  a fáze *kr*, kde *k* je vlnový vektor (zde je  $k = 2\pi \lambda^{-1}$ , někdy v literatuře bývá udáván jako  $k = \lambda^{-1}$ ) a *r* je vzdálenost, kterou vlna urazí.

$$\boldsymbol{\psi} = \boldsymbol{\psi}_0 \cdot \mathbf{e}^{\mathbf{i} \cdot kr} \tag{35}$$

Potom pro rozptylovou sférickou vlnu  $\psi_r$  platí rovnice (36), kde již vystupuje atomový rozptylový faktor jako atomová rozptylová amplituda závislá na směru (úhlu) rozptylu.

$$\psi_{\rm r} = \psi_0 \cdot f(\theta) \cdot \frac{{\rm e}^{{\rm i} \cdot kr}}{r} \tag{36}$$

Popsaná rozptylová vlna a primární rovinná vlna spolu interferují. Pokud jsou ve fázi jde o konstruktivní interferenci a v určitých směrech vznikají difrakční vlny vyšších řádů, což je naznačeno na obr. 13, kde primární svazek je nultého řádu.



Obr. 13: Difrakce tvořená interferencí vln

Difrakci lze zjednodušeně popsat Braggovým zákonem (37), přičemž uvažujeme, že se vlny chovají tak, jako by byly odráženy od atomových rovin, které reprezentují jednotlivé atomy.

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta \,, \tag{37}$$

kde d je meziatomární vzdálenost. Obr. 14 znázorňuje Braggův zákon graficky.



Obr. 14: Braggův zákon

Difrakcí lze dobře zkoumat krystalovou strukturu látky a také rozpoznávat prvky, z nichž je tvořena. Pokud elektronový svazek difraktuje s amorfně uspořádanými atomy, bude výsledná amplituda (intenzita) pro některé úhly výrazně vyšší, jak je naznačeno na obr. 15.



Obr. 15: Naznačení průběhu amplitudy pro amorfní látku

Výsledný obraz, zachycený na obr. 16 se bude pro amorfní látky jevit jako řada soustředných disků s plynulými přechody. Amorfní látky se vyznačují náhodným uspořádáním atomů, ale přesto mají jisté meziatomové mezery. Například lze relativně dobře definovat první a druhé nejbližší sousední mezery.



Obr. 16: TEM difrakční snímek amorfního uhlíku při 100 kV

Difrakcí elektronového svazku s krystalickou látkou bude intenzita difrakčních paprsků maximální pro specifické úhly – obr. 17, které odpovídají Braggovu zákonu.



Obr. 17: Naznačení průběhu amplitudy pro krystalickou látku

Výsledný obraz pro polykrystalickou látku zachycený na obr. 18 se bude jevit jako řada jasně ohraničených soustředných disků. Látka tvořená z monokrystalu bude ve výsledném obrazu promítat opakující se krystalický motiv - obr 19.



Obr. 18: TEM difrakční snímek polykrystalického zlata při 100 kV



Obr. 19: TEM difrakční snímek monokrystalu hliníku při 100 kV

### 2.3. Nepružný (neelastický) rozptyl

Vysokoenergetický elektron který se setká s atomem, proniká elektronovým obalem, kde může nastat srážka s elektrony, nebo pokračuje dále do hlubších vrstev vázaných mnohem více jádrem, až se může finálně přiblížit k jádru. Lze očekávat, že s větší hloubkou průniku nastane větší ztráta energie, ale je velmi málo pravděpodobné, aby elektron ztratil všechnu svojí energii v jedné interakci. Podle specifických podmínek můžou nastat různé neelastické procesy:

- 1. RTG záření charakteristické
   brzdné
- 2. sekundární elektrony (SE) pomalé sekundární elektrony
   rychlé sekundární elektrony (FSE)
  - Augerovy elektrony (AE)
- 3. kolektivní interakce plazmony
  - fonony

Obrázek 20 graficky znázorňuje hloubku a prostor, v němž naznačené interakce vznikají.



Obr. 20: Prostorové rozdělení interakcí

Obrázek 21 naznačuje počet elektronů opouštějících vzorek v daném rozsahu energií, který odpovídá určité interakci. Zpětně odražené elektrony (BSE) opouštějí preparát v širokém rozsahu energií, protože mohou dosáhnout zpětného odrazu až po několikáté srážce.



Obr. 21: Rozdělení elektronů podle energie

Obrázek 22 ukazuje závislost účinného průřezu jednotlivých procesů na energii, kde P - emise plazmonů, K a L - ionizace těchto hladin (K a L), FSE - tvorba rychlých sekundárních elektronů, SE – tvorba pomalých sekundárních elektronů, E - elastické procesy.



Obr. 22: Účinný průřez při malém úhlu rozptylu ( $\theta \ll 1^\circ$ )

#### 2.3.1 Charakteristické RTG záření

Primární elektron proniká elektronovými vrstvami a interakcemi - srážkami s elektrony ve vnitřní vrstvě jim předává energii. Jestliže dojde k předání energie větší než je energie kritická  $E_c$  (pro danou vrstvu K, L atd.), elektron opouští svojí energetickou vrstvu a zanechává po sobě díru. Ionizovaný atom je nyní v excitovaném stavu. Atom se může vrátit do základního stavu, v němž má nenižší energii, zaplněním díry elektronem z některé vnější vrstvy. Elektron, který opouští vnější vrstvu a zaplňuje díru má větší energii, než příslušná vrstva ve které je díra. Tato energie se vyzáří jako charakteristické RTG záření obr. 23, nebo se předá tzv. Augerovu elektronu (ionizace může nastat vícero způsoby, například dopadem RTG paprsků).



Obr. 23: Princip vzniku charakteristického RTG záření

RTG paprsky jsou značeny podle toho, z které a do jaké vrstvy přechází elektron při zaplňování díry. Jestliže zaplní elektron díru ve vrstvě K z vrstvy L, vyzáří se RTG záření K<sub>a</sub>, pokud ji zaplníme z vrstvy M, vyzáří se RTG záření K<sub>β</sub>. Bude li díra ve vrstvě L a zaplní jí elektron z vrstvy M, pak se vyzáří RTG záření L<sub>a</sub> atd. Značení je komplexnější a číslem se označují jednotlivé podvrstvy. Nejvzdálenější podvrstva (má větší energii) je značena indexem 1 a pro bližší k jádru je index inkrementován. Příkladem je RTG záření - K<sub>a1</sub> a K<sub>a2</sub>. Vše je vidět na obr. 24, kde jsou nejčastější případy RTG charakteristického záření.



Obr. 24: Značení RTG záření pro K,L,M hladiny
Elektronové přechody mají různou pravděpodobnost, v tabulce 3 jsou uvedeny pravděpodobnosti výskytu pro danou vrstvu vztažené k nejpravděpodobnějšímu jevu.

К		L		М	
Kα	1,00	$L_{\alpha 1,2}$	1,00	Mα	1,00
K <sub>β</sub>	0,10	L <sub>β1</sub>	0,70	M <sub>β</sub>	0,60
		$L_{\beta 2}$	0,20	Mγ	0,05
		$L_{\gamma 1}$	0,08		
		$L_{\gamma 3}$	0,03		

Tabulka 3: Pravděpodobnost přeměny energie na RTG záření

Energie primárního svazku *E* musí být větší než je kritická ionizační energie, která je závislá na atomovém čísle, aby došlo ke generování RTG záření. Atomy s větším atomovým číslem mají více protonů a proto mají větší kritickou energii. Hodnoty kritických energií pro dané přechody lze najít v tabulkách.

Ionizační účinný průřez pro charakteristické záření se mění s energií primárního svazku, jak je vidět na obr. 25. Pokud se energie primárního svazku blíží k energii kritické, klesá pravděpodobnost ionizace a pokud bude energie primárního svazku více jak pětinásobná, začne ionizační účinný průřez nabývat konstantní hodnoty.



Obr. 25: Závislost ionizačního účinného průřezu na energii primárního svazku

Bethe sestavil rovnici (38) pro výpočet ionizačního účinného průřezu  $\sigma_{T}$ .

$$\sigma_{\rm T} = \left(\frac{\pi e^4 b_{\rm s} n_{\rm s}}{E \cdot E_{\rm c}}\right) \cdot \log\left(\frac{c_{\rm s} E}{E_{\rm c}}\right),\tag{38}$$

kde:  $n_s$  je podmínka značící počet elektronů v ionizované podvrstvě b<sub>s</sub>, c<sub>s</sub> jsou konstanty pro příslušnou podvrstvu Betheova rovnice počítá totální účinný ionizační průřez, ale z diferenciálu Betheova vztahu lze odvodit, že elektron který ionizoval atom, bude odkloněn do malého úhlu ~  $10^{-2}$  rad a výsledné charakteristické záření bude emitováno rovnoměrně do prostorového úhlu  $4\pi$  sr (tedy do všech směrů). Při urychlovacím napětí používaném v TEM je třeba Betheovu rovnici korigovat na relativistický efekt.

RTG záření je elektromagnetické záření a nemá žádnou hmotu, proto se vzrůstající energií nemá relativistickou korekci a šíří se rychlostí světla ve vakuu. Energie RTG záření je kvantována a vypočte se dle vztahu (39), kde v je frekvence RTG záření.

$$E = \mathbf{h} \cdot \mathbf{v} = \mathbf{h} \cdot \frac{\mathbf{c}}{\lambda} \tag{39}$$

Energie RTG záření  $E_{\rm K}$  nebo  $E_{\rm L}$  je oproti kritické energii vždy menší. Tento rozdíl je způsoben tím, že se atom po vyzáření RTG záření nevrací do základního stavu, protože elektron který zaplnil díru v hladině K nebo L po sobě zanechal díru, kterou je potřeba zaplnit a tímto zaplněním dojde k emisi zbylé energie. Například atom mědi potřebuje ionizační energii pro vrstvu K  $E_{\rm c} = 8,980$  keV. Zaplní-li díru v K vrstvě elektron z vrstvy L vyzáří  $K_{\alpha} = 8,048$  keV, poté vrstvu L zaplní elektron z vrstvy M a vyzáří  $L_{\alpha} = 0,930$  keV. Součet vyzářené energie RTG zářením je 8,978 keV, zbylé 2 eV atom vydá po přechodu elektronu z vodivého pásu do vrstvy M buď ve formě fotonu, nebo generováním fononu.

Pomocí fluorescenčního zisku lze stanovit pravděpodobnost vyzáření ionizační energie ve formě RTG záření nebo Augerových elektronů, značí se  $\omega$ . Fluorescenční zisk vypočteme podle rovnice (40), z které je vidět silná závislost na atomovém čísle.

$$\omega = \frac{Z^4}{a + Z^4} \tag{40}$$

Zde a je konstanta pro danou atomovou vrstvu. Na obr. 26 je znázorněn průběh pravděpodobnosti emise RTG záření pro ionizovaný atom s dírou ve vrstvě K.



Obr. 26: Pravděpodobnost výskytu RTG záření v závislosti na atomovém čísle

Z obrázku je vidět, že emise RTG záření silně klesá se zmenšujícím se atomovým číslem, proto je lepší pro analýzu lehkých prvků použít Augerovy elektrony. V ostatních případech se používá RTG charakteristické záření, nejhojněji v materiálovém inženýrství.

### 2.3.2 Augerovy elektrony

Emise Augerových elektronů je konkurenční jev k RTG záření a největší pravděpodobnost vzniku tohoto jevu nastává u prvků s malým atomovým číslem. Proces vzniku je naznačen na obr. 27. Augerův elektron má energii  $E_A$  danou vzorcem (41), který vychází z označení energetických vrstev na obr. 27, kde *A* výstupní práce. Energie Augerova elektronu je charakteristická pro daný atom.



Obr. 27: Vznik Augeraova elektronu

$$E_{\rm A} = \Delta E - E_{\rm L3} - A = (E_{\rm K} - E_{\rm L1}) - E_{\rm L3} - A \tag{41}$$

Augerovy elektrony unikají v malé vzdálenosti od povrchu preparátu - jsou generovány v hloubce do 3 nm. Tato analýza je náročná na kvalitu vakua, protože povrchová vrstva nesmí být kontaminovaná. Už pouhá kontaminace vzduchem značně zkresluje výsledky, proto se provádí úprava preparátu pod vakuem, přímo v mikroskopu.

### 2.3.3 Brzdné RTG záření

Brzdné záření vzniká, když je pronikající elektron natolik přiblížen k jádru atomu, že jádro elektron zpomaluje Coulombovskými silami. Zpomalení elektronu v elektrickém poli jádra může vyvolat souvislé RTG záření, které může mít největší energii o velikosti energie primárního svazku.

Pravděpodobnost vytvoření brzdného záření je popsáno Kramerovým vzorcem (42), kterým lze vypočítat produkci brzdného záření o dané energii, kde  $N(E_f)$  je počet fotonů brzdného RTG záření o energii  $E_{f_1}$  K je Kramerova konstanta.

$$N(E_{\rm f}) = \frac{\mathbf{K} \cdot \mathbf{Z} \cdot \left(E - E_{\rm f}\right)}{E_{\rm f}} \tag{42}$$

Brzdné záření je funkcí energie, jak ukazuje obr. 28, vykazuje dopředný rozptyl a silně mění své vlastnosti v závislosti na směru šíření.



Obr. 28: Průběh intenzity brzdného RTG záření v závislosti na energii

Brzdné záření zhoršuje kvalitu analýzy charakteristického RTG záření, v materiálovém inženýrství působí jako rušivý element. Pro biology má určitý význam, protože intenzita záření je závislá na průměrné hodnotě atomového čísla prvků obsažených v preparátu.

## 2.3.4 Pomalé sekundární elektrony

Pravé sekundární elektrony vznikají srážkou primárního svazku s elektrony ve valenčním nebo vodivém pásu, díky tomu potřebují ke své emisi poměrně malé hodnoty energie. Typická energie sekundárních elektronů je kolem 50 eV. Vzhledem k jejich energii mohou vzorek opouštět pouze v blízkosti jeho povrchu – nejhlouběji do 5 nm. Pro emisi sekundárních elektronů se nepoužívá účinný průřez, protože není schopen pokrýt veškeré mechanismy produkce těchto elektronů (sekundární elektrony mohou vznikat i jako produkt třetí fáze, např. předáním energie z RTG záření). Výnos  $\delta$  ( $\delta$  je roven poměru počtu sekundárních elektronů ku počtu elektronů v primárním svazku) pomalých sekundárních elektronů je pokládán jako nezávislý na energii primárního svazku, ale mění se s úhlem naklonění preparátu nebo povrchu vůči primárnímu svazku (obr. 29).



Obr. 29: Emise sekundárních elektronů

Pro tuto vlastnost se staly pomalé sekundární elektrony nejpoužívanějším signálem, zdrojem obrazu v SEM. Pravděpodobnost výskytu pomalých sekundárních elektronů je nejvyšší pro energii 5 eV a klesá k nule při hodnotách větších než 50 eV.

### 2.3.5 Rychlé sekundární elektrony

Jsou vysoce energetické elektrony, protože po srážce obdrží velký podíl energie primárního svazku, jejich energie může být 50 – 200 keV. Díky jejich vysoké energii mohou vzorek opouštět z větších hloubek než pomalé sekundární elektrony. V SEM se vůbec nevyskytují, vzhledem k používaným energiím primárního svazku (do 30 keV). Rychlé sekundární elektrony působí rušivě tím, že generují RTG záření a degradují výsledky analýzy Augerových elektronů.

## 2.3.6 Katodoluminiscence

Vzniká přechodem elektronu z valenčního pásu přes zakázaný do vodivého. Po tomto přechodu vyvolaném srážkou vznikne ve valenčním pásu díra. Následnou rekombinací elektronu dojde k vyzáření jeho přebytečné energie ve formě fotonu, jak je naznačeno na obr. 30.



Obr. 30: Princip katodoluminiscece

Princip vzniku katodoluminiscence má uplatnění při studium polovodičových struktur, kde je měřen proud v pA vytvářený páry elektron-díra po zavedení předpětí na vzorek (bias).

#### 2.3.7 Plazmony

Plazmony jsou kolektivní oscilace volných elektronů, které nastanou, když primární elektronový svazek prochází preparátem a interaguje s elektronovým plynem tvořeným shlukem volných elektronů, jak naznačuje obr. 31.



Obr. 31: Vznik plazmonového rozptylu

Tyto oscilace jsou tlumeny a zanikají za méně než femtosekundu, vlna se rozšíří do vzdálenosti menší než 10 nm. Plazmony jsou tvořeny ve všech materiálech, ale nejsnáze v kovech, které mají volné elektrony (např. hliník). Střední volná dráha pro plazmony bývá ~ 100 nm.

Účinný průřez pro plazmony je dán vztahem (43).

$$\frac{\mathrm{d}\sigma(\theta)}{\mathrm{d}\Omega} = \frac{1}{2\pi \mathrm{a}_{0}} \cdot \left(\frac{\theta_{\mathrm{E}}}{\theta^{2} + \theta_{\mathrm{E}}^{2}}\right),\tag{43}$$

kde  $\theta_{\rm E}$  je nazýván jako charakteristický rozptylový úhel, tento úhel je dán poměrem  $\frac{E_{\rm p}}{2E}$ .  $E_{\rm p}$  je plazmonová energie, která se obvykle pohybuje v hodnotách 15 – 25 eV. Účinný průřez je funkcí rozptylového úhlu a klesá rapidně k nule při hodnotách vyšších než 10 mrad – plazmony tedy mají dopředný směr šíření.

## 2.3.8 Fonony

Fonony jsou kvazičástice, které vznikají po srážce vysokoenergetického elektronu s atomy umístěnými v krystalové mřížce, jež začne vlivem srážky oscilovat. Spojení atomů v atomové mřížce je chápáno jako pružné, což ukazuje obr. 32.



Obr. 32: Fononové oscilace

Fononové oscilace způsobují malé ztráty energie ~ 0,1 eV, ale srážející elektrony jsou vychylovány do úhlů 5 – 15 mrad. Tyto elektrony mají za následek difusní pozadí mezi Braggovými vzory v difrakčním obrazu – TEM. Oscilace krystalové mříže jsou ekvivalentem k teplotním oscilacím, proto pro snížení těchto oscilací je potřeba preparát chladit. Fononové oscilace vznikají i v amorfních látkách.

Kapitola 2 – čerpáno z [2, 4, 6, 8, 9, 10, 16, 19, 20, 21, 23, 24]

# 3. Elektronový mikroskop – optická soustava

Každá optická soustava elektronového mikroskopu je složena ze dvou základních částí, které lze dále rozdělit na jednotlivé části - obr. 33 (stínítko, kamera, detektor a obrazovka nejsou součástí zobrazovacího systému).



Obr. 33: Základní optické části elektronových mikroskopů

Kompletní optickou soustavu elektronového mikroskopu (TEM a SEM) znázorňuje diagram na obr. 34.



Obr. 34: Optická soustava elektronového mikroskopu

### 3.1. Elektronové čočky

Elektronový svazek je potřeba během průchodu optickou soustavou fokusovat. K tomuto účelu je používáno elektrické nebo magnetické pole, ale každé pole vyvolává jiné změny v pohybu jím procházejících elektronů, které budou dále popsány. Nejčastěji je využíváno elektromagnetických čoček, někdy se používá pevných magnetů. Elektrostatické čočky jsou oproti elektromagnetickým méně používány, avšak fokusování elektrickým polem je použito v každé elektronové trysce.

## 3.1.1 Tenká elektrostatická čočka

Pro fokusaci tenkou elektrostatickou čočkou platí vztahy, které jsou výsledkem řešení Newtonových rovnic sestavených na základě Gaussovy věty, jež se používá pro výpočet elektrostatických polí a rozložení elektrické intenzity v okolí vodiče. Na obr. 35 jsou patrny tři fáze pohybu elektronu v elektrostatickém poli čočky.



Obr. 35: Fokusace elektrostatickou čočkou

1. Elektron vstupuje do elektrického pole čočky a hodnota intenzity elektrického pole E = 0 se prudce změní na hodnotu  $E = \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$  působící radiálně směrem k ose čočky, aniž se potenciál  $\varphi = \varphi_0$  změní (kde  $v_0$  je paraxiální rychlost elektronu,  $\varphi_0$  je potenciál bez vlivu elektrostatického pole čočky,  $\varphi_i$  je maximální hodnota potenciálu elektrostatického pole čočky, l je aktivní délka čočky v ose Z, *r* je vzdálenost od osy čočky a *E*,  $\varphi$ , *v* jsou aktuální hodnoty dané veličiny). Elektron získá přírůstek radiální složky rychlosti  $\Delta v_{1r}$  popsaný rovnicí (44).

$$\Delta v_{\rm lr} = \left(\frac{e}{2mv_0}\right) \cdot r \cdot \frac{\varphi_0 - \varphi_{\rm i}}{l} \tag{44}$$

2. Elektron je uprostřed čočky a intenzita elektrického pole zůstává konstantní  $E = \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$ , ale potenciál se mění na  $\varphi = \varphi_i$ . Elektron získá přírůstek rychlosti (kde  $v_i$  je maximální rychlost)ve směru osy Z (45).

$$\Delta v^2 = v_i^2 - v_0^2 = -\left(\frac{2e}{m}\right) \cdot \left(\varphi_0 - \varphi_i\right)$$
(45)

3. Elektron opouští čočku a intenzita elektrického pole  $E = \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$  se prudce mění na hodnotu E = 0, aniž se potenciál  $\varphi = \varphi_i$  změní. Elektron získá záporný přírůstek radiální složky rychlosti  $\Delta v_{2r}$  popsaný rovnicí (46).

$$\Delta v_{2r} = -\left(\frac{e}{2mv_{i}}\right) \cdot r \cdot \frac{\varphi_{0} - \varphi_{i}}{l}$$
(46)

Celkový přírůstek radiální rychlosti  $v_r$  je dán součtem přírůstků v bodě 1 a 3 podle rovnice (47).

$$\begin{split} \Delta v_{\rm r} &= v_{2\rm r} + v_{1\rm r} = \left[ \left( \frac{e}{2mv_0} \right) \cdot r \cdot \frac{\varphi_0 - \varphi_{\rm i}}{l} \right] + \left[ -\left( \frac{e}{2mv_{\rm i}} \right) \cdot r \cdot \frac{\varphi_0 - \varphi_{\rm i}}{l} \right] = \\ &= -\left( \frac{r}{4l} \right) \cdot \left[ -\left( \frac{2e}{m} \right) \cdot \left( \varphi_0 - \varphi_{\rm i} \right) \right] \cdot \left( \frac{1}{v_0} - \frac{1}{v_{\rm i}} \right) = -\left( \frac{r}{4l} \right) \cdot \left( v_{\rm i}^2 - v_0^2 \right) \cdot \left( \frac{1}{v_0} - \frac{1}{v_{\rm i}} \right) = \\ &= -\left( \frac{r}{4l} \right) \cdot \left( \frac{v_{\rm i}^2}{v_0} - \frac{v_0^2}{v_0} - \frac{v_{\rm i}^2}{v_{\rm i}} + \frac{v_0^2}{v_{\rm i}} \right) = \\ &= -\left( \frac{r}{4l} \right) \cdot \left( \frac{v_{\rm i}^2}{v_0} - \frac{2v_0v_{\rm i}}{v_0} + \frac{v_0^2}{v_0} + \frac{v_{\rm i}^2}{v_{\rm i}} - \frac{2v_0v_{\rm i}}{v_{\rm i}} + \frac{v_0^2}{v_{\rm i}} \right) = \\ &= -\left( \frac{r}{4l} \right) \cdot \left( v_{\rm i} - v_0 \right)^2 \cdot \left( \frac{1}{v_0} + \frac{1}{v_{\rm i}} \right) \end{split}$$

$$\tag{47}$$



Obr. 36: Paprskový diagram při fokusaci

Porovnáním úhlů  $\delta$  (první trojúhelník je tvořen vzdáleností *r* a ohniskovou vzdáleností *f*, druhý trojúhelník je tvořen z vektorů rychlostí  $v_i$  a  $v_r$  – tyto trojúhelníky mají shodný úhel  $\delta$ ) podle obr. 36 se vypočte ohnisková vzdálenost *f* pro tenkou elektrostatickou čočku (48).

$$\frac{r}{f} = -\frac{\Delta v_{\rm r}}{v_{\rm i}} = -\frac{-\left(\frac{r}{4l}\right) \cdot \left(v_{\rm i} - v_{\rm 0}\right)^2 \cdot \left(\frac{1}{v_{\rm 0}} + \frac{1}{v_{\rm i}}\right)}{v_{\rm i}} =$$

$$= \frac{\left(\frac{1}{4l}\right) \cdot \left(v_{\rm i} - v_{\rm 0}\right)^2 \cdot \left(\frac{v_{\rm i} + v_{\rm 0}}{v_{\rm 0} v_{\rm i}}\right)}{v_{\rm i}} \Rightarrow f = \frac{4l v_{\rm i}^2 v_{\rm 0}}{\left(v_{\rm i} + v_{\rm 0}\right) \cdot \left(v_{\rm i} - v_{\rm 0}\right)^2} \tag{48}$$

Ohniskovou délku čočky lze spočítat na základě rychlosti elektronu a rozměru čočky. Podstatnou vlastností elektrostatické čočky však je, že elektrony průchodem čočkou získají nejen radiální přírůstek rychlosti, ale také axiální. Průchodem čočkou elektrony nerotují kolem axiální osy  $v_{\varphi} = 0$ .

### 3.1.2 Tenká elektromagnetická čočka

Pro fokusaci tenkou elektromagnetickou čočkou platí vztahy, které jsou výsledkem řešení Newtonových rovnic sestavených na základě Biot-Savartova zákona použitého pro výpočet magnetického pole a rozložení magnetické indukce v okolí vodiče. Na obr. 37 jsou vidět tři fáze pohybu elektronu v elektrostatickém poli čočky.



Obr. 37: Fokusace elektromagnetickou čočkou

1. Elektron vstupuje do magnetického pole čočky a hodnota magnetické indukce B = 0 se prudce změní na hodnotu  $B = \frac{\mu_0 NI}{l}$  (kde  $\mu_0$  je permeabilita vakua, N je počet závitů cívky, I je proud protékající cívkou). Azimutální složka rychlosti elektronu v<sub>\alpha</sub> = 0 se změní podle rovnice (49).

$$v_{\varphi} = -\frac{e\mu_0}{2m} \cdot \frac{rNI}{l} \tag{49}$$

2. Elektron je uprostřed čočky a magnetická indukce magnetického pole zůstává konstantní  $B = \frac{\mu_0 NI}{l}$ . Azimutální složka rychlosti zůstává konstantní podle rovnice (49). Elektron získá přírůstek radiální rychlosti (50)

$$\Delta v_{\rm r} = -\left(\frac{e\mu_0 NI}{2ml}\right)^2 \cdot \frac{rl}{v} \tag{50}$$

3. Elektron opouští čočku a magnetická indukce magnetického pole  $B = \frac{\mu_0 NI}{l}$  se prudce změní na hodnotu B = 0. Azimutální složka rychlosti elektronu nabude původní nulovou hodnotu  $v_{\varphi} = 0$ . Radiální složka rychlosti zůstává nezměněna podle rovnice (50).

Porovnáním úhlů  $\delta$  podle obr. 36 se vypočte ohnisková vzdálenost *f* pro tenkou elektromagnetickou čočku (51).

$$\frac{r}{f} = -\frac{\Delta v_{\rm r}}{v_{\rm i}} = -\frac{-\left(\frac{e\mu_0 NI}{2ml}\right)^2 \cdot \frac{rl}{v}}{v} \Rightarrow$$
$$\Rightarrow \frac{1}{f} = \left(\frac{e\mu_0 NI}{2ml}\right)^2 \cdot \frac{l}{v^2} \Rightarrow f = \left(\frac{2mv}{e\mu_0 NI}\right)^2 \cdot l \tag{51}$$

Ohniskovou délku čočky lze spočítat na základě rychlostí elektronu a parametrů čočky. Podstatná vlastnost elektromagnetické čočky však je, že elektrony průchodem čočkou získají pouze radiální přírůstek rychlosti. Elektrony průchodem čočkou rotují kolem axiální osy, výsledná dráha pohybu elektronu čočkou má tvar spirály, kde při opuštění čočky azimutální složka rychlosti opět nabývá nulovou hodnotu.

## 3.1.3 Sférická vada

Sférická vada je způsobena různou vzdáleností drah elektronů od paraxiální dráhy. Na základě této vzdálenosti se bude zvyšovat radiální rychlost elektronů dle vztahů (44) a (50), kde tato vzdálenost figuruje jako *r*. Elektrony pohybující se v okrajové části čočky budou zaostřeny do kratší ohniskové vzdálenosti, což se projeví zobrazením rozptylového disku o poloměru  $\Delta r_{sf}$  v obrazové rovině paraxiálního paprsku, jak naznačuje obr 38.



Obr. 38: Sférická vada

Vztah (13) lze na základě optické geometrie přepsat jako (52), jedná se o poloměr rozptylového kroužku vztažený k předmětové rovině (u objektivu TEM je to rovina preparátu).

$$\delta_{\rm sf} = C_{\rm sf} \cdot \alpha_0^3 = \frac{\Delta r_{\rm sf}}{Z}$$
(52)

## 3.1.4 Chromatická vada

Je tvořena :

- a) Kolísáním urychlovacího napětí, protože elektronová tryska (katoda) spolu s anodou fungují jako elektrostatická čočka, ze vztahu (45) je vidět vliv změny urychlovacího napětí.
- b) Rozdílnými rychlostmi elektronů opouštějících povrch katody
- c) Při vysoké hustotě proudu v křižišti elektronové trysky průchodem elektronu tímto křižištěm dochází ke Coulombovským interakcím s ostatními elektrony, které mohou elektron urychlit nebo zpomalit podle toho, je-li okamžitá koncentrace elektronů větší před elektronem nebo za ním.

Různé rychlosti elektronů se projevují při průchodu elektronovou čočkou opět změnou radiální rychlosti obr. 39.



Obr. 39: Chromatická vada

Změnu ohniskové délky vlivem chromatické vady lze vyjádřit rovnicí (53), kde  $C_{chr}$  je konstanta chromatické vady (obvykle 2 – 5 mm),  $\Delta U$  je změna urychlovacího napětí a U je velikost urychlovacího napětí

$$\Delta f_0 = \mathbf{C}_{chr} \cdot \frac{\Delta U}{U} \tag{53}$$

Z pohybových rovnic pro elektromagnetickou čočku plyne, že stejný vliv změny urychlovacího napětí má i změna proudu tekoucího čočkou dle rovnice (54)

$$\frac{\Delta U}{U} = 2 \cdot \frac{\Delta I}{I} \tag{54}$$

Vztah (49) ukazuje, že pokud projdou elektrony s různou rychlostí magnetickou čočkou, nastane také radiální posun zobrazovaného bodu po kružnici vlivem azimutální rychlosti.

## 3.1.5 Osový astigmatismus

Je způsoben osovou asymetrií pole čočky danou nepřesností zpracování čočky a nehomogenitou použitého materiálu. Čočka pak má různé ohniskové vzdálenosti ve dvou na sebe kolmých rovinách - obr. 40 a projevem je zdeformovaný obraz kruhového svazku.



Obr. 40: Osový astigmatismus

Astigmatismus také způsobují nečistoty, které se usazují na okrajích kondenzorové a objektivové clony a tubusu mikroskopu. Tyto nečistoty jsou obvykle nevodivé, a proto na nich setrvává prostorový náboj, který svým elektrickým polem působí na pohybující se elektrony. Astigmatismus je korigován pomocí stigmátoru, což je soustava cívek s možností plynulé změny magnetického pole v několika směrech, které působí proti poli vyvolávajícímu nesymetrii.

## 3.1.6 Hloubka ostrosti

Hloubka ostrosti *h* je vzdálenost, která udává maximální hloubku objektu, jenž je možno považovat za zaostřený. Předmětová hloubka ostrosti je dána vstupní úhlovou aperturou objektivu  $\alpha$  (obr. 41) podle vztahu (55), kde *d* je požadovaná rozlišovací schopnost. Pokud by velikost objektu v předmětovém prostoru byla větší než hloubka ostrosti, pak by se objekt zobrazil v obrazové rovině jako disk s větším průměrem než *d*.



Obr. 41: Hloubka ostrosti

$$h = \frac{d}{\alpha} \tag{55}$$

Z tabulky 4 je patrno, že i nejtlustší vzorky pro TEM (~ 100 nm) budou zaostřeny v celé jejich šířce, tabulka je počítána pro hodnotu úhlové apertury 10<sup>-3</sup> rad. V SEM se používá změna úhlové apertury, aby bylo dosaženo co největší hloubky ostrosti pro malá zvětšení.

Tabulka 4: Hloubka ostrosti pro určité rozlišení

<i>d</i> [nm]	10000	1000	100	10	1	0.1
<i>h</i> [µm]	10000	1000	100	10	1	0.1

Protože zvětšení Z je dáno vztahem (56) lze obrazovou hloubku ostrosti h' přepočítat rovnicí (57), dosazením obvyklých hodnot zvětšení se ukáže, že obraz v obrazové rovině projektivu bude zaostřen do vzdálenosti až jednotek metrů.

$$Z = \frac{\mathrm{tg}\,\alpha}{\mathrm{tg}\,\alpha'} \doteq \frac{\alpha}{\alpha'} \tag{56}$$

$$h' = Z^2 \cdot h \tag{57}$$

### 3.1.7 Provedení magnetické čočky

Bude popsána pouze konstrukce elektromagnetických čoček, protože jsou v elektronové mikroskopii nejpoužívanějšími elektronovými čočkami. Elektromagnetické čočky jsou tvořeny z pólových nástavců, do nichž je umístěno vinutí elektromagnetické cívky. Čím menší bude ohnisková vzdálenost, tím lze dosáhnout lepších optických parametrů, proto je na elektromagnetickou cívku kladen požadavek, aby elektromagnetickou cívkou tekl co největší proud. Velikost proudu je limitována tepelnými ztrátami, proto se používá pro odvod tepla chlazení čoček proudící kapalinou, nejčastěji vodou. Na obr. 42 jsou vyobrazeny různé typy uspořádání elektromagnetických čoček s pólovými nástavci.



Obr. 42: Různé typy elektromagnetických čoček

#### 3.2. Osvětlovací systém

Osvětlovací systém je v principu podobný pro TEM i pro SEM, avšak v TEM je kladen větší požadavek na možnost zajištění regulace proudu elektronového svazku. SEM klade větší požadavek na dosažení maximální hustoty elektronového proudu do minimální plochy objektu.

#### 3.2.1 Emise elektronů

K emisi elektronů se v elektronové mikroskopii používají dva krajní způsoby, termoemise a autoemise, avšak na emisi se vzájemně podílejí určitou měrou oba mechanismy. Pro emisi elektronů je určujícím parametrem výstupní práce elektronů  $\varphi$  [eV] pro daný materiál. Emise elektronů je hodnocena hustotou emisního proudu j [A·m<sup>-2</sup>] a směrovou proudovou hustotou *B*, která je vztažena na jednotkový prostorový úhel (jakým směrem jsou elektrony do prostoru emitovány) a vypočte se z rovnice (58), kde  $\alpha$  je poloviční úhel, do kterého jsou elektrony emitovány.

$$B = \frac{j}{\pi \cdot \alpha^2} \tag{58}$$

#### Termoemise

Hustota termoemisního proudu je popsána Richardson-Duschmanovou rovnicí (59), kde A je materiálová konstanta a *T* je teplota katody v [K] (Pro wolfram A =  $6 \cdot 10^{-5}$  A<sup>·</sup>m<sup>-2</sup>,  $\phi = 4,5$  eV).

$$j_{\rm T} = \mathbf{A} \cdot T^2 \cdot \mathrm{e}^{-\frac{\varphi}{\mathbf{k} \cdot T}} \tag{59}$$

Při termoemisním procesu jsou emitovány z povrchu katody do vakua pouze ty elektrony, jejichž energie důsledkem tepelného působení vzrostla nad energetickou úroveň volných elektronů ve vakuu. Elektrony s touto energií mohou překonat potenciálovou jámu reprezentovanou jako výstupní práce – obr. 43. Poté jsou odsáty elektrickým polem, které je urychlí na pracovní energii. Vliv elektrického pole je pro emisi elektronů zanedbatelný.



Obr. 43: Energetické schéma termoemise

Možný tvar termoemisní katody je na obr. 44, kde je naznačeno i elektrické zapojení žhavení katody. Žhavení katody se děje přes rezistor R<sub>2</sub>, kterým je možno nastavit žhavící proud. Pomocí žhavícího proudu lze přímo měnit teplotu vlákna a tedy velikost emise, jak je patrno z rovnice (59). Pracovní teplota katody se u wolframových vláken obvykle nastavuje na ~ 2800 °C, kdy rozdělení intenzity proudu ve svazku má tvar Gaussovy křivky. Další zvyšování teploty katody nevede ke znatelnému zvýšení proudu ve svazku, ale jen zkracuje její životnost, v tabulce 5 jsou uvedeny konkrétní údaje pro nejobvyklejší termoemisní katodu tvořenou wolframovým vláknem.



Obr. 44: Zapojení katody

Z obrázku je patrno, že velikost urychlovacího napětí se reguluje rezistorem  $R_1$ , urychlovací napětí se používá záporné a anoda je uzemněna. Wehneltův válec je proti katodě na ještě zápornějším potenciálu (díky úbytku napětí na  $R_1$ ), tímto způsobem funguje jako filtr zadržující elektrony s nízkou energií.

Tabulka 5: Doba životnosti wolframového vlákna

Teplota vlákna	[K]	3140	2985	2840	2690
Doba života	[h]	1	6	27	115

Zvýší-li se elektrické pole na povrchu emisní katody například zaostřením emisního vlákna (vytvoří se ostrý ohyb), které mělo v místě ohybu kulatý tvar, dojde při stejné teplotě ke vzrůstu emisního proudu. Tento jev je vyvolán deformací vrcholu potenciálové bariery, která se projeví snížením výstupní práce  $\Delta A$  – obr. 45. Schottky teoreticky vysvětlil tento jev a zavedl korekci hustoty termoemisního proudu na základě přítomnosti elektrického pole.



Obr. 45: Energetické schéma termoemise s vlivem elektrického pole

Konstrukční uspořádání termoemisních katod je patrno z obr. 46, kde a – je klasická vlásenková katoda vytvořená ohybem, b – je hrotová katoda nesená žhavící vlásenkou, c – katoda žhavená nepřímo sálavým teplem z pomocného vlákna (cívky), výsledkem takového uspořádání je prodloužení životnosti.



Obr. 46: Konstrukční uspořádání katody

#### Autoemise

Při dalším zvyšování elektrického pole na povrchu katody dojde k emisi elektronů i za pokojové teploty – obr. 47. Tento jev je způsoben tunelováním elektronů skrz zúženou potenciálovou barieru působením silného elektrostatického pole. Proudovou hustotu autoemise popisuje Fowlerova-Nordheimova rovnice (60), kde *E* je intenzita elektrického pole na povrchu katody a  $k_1$ ,  $k_2$  jsou konstaty.



Obr. 47: Energetické schéma autoemise

Autoemisní katody se provozují při 300 – 1800 K, teplota podporuje emisi a stabilizuje chemický stav povrchu katody, protože důsledkem fyzisorpce a chemisorpce dochází k nežádaným změnám výstupní práce. V tabulce 6 jsou uvedeny hodnoty výstupní práce pro obvyklé emitéry.

Tabulka 6: Výstupní práce emiterů

Polykrystalický wolfram	4,5 eV
Monokrystalický wolfram	4,2 - 4,6 eV
Aktivovaný wolfram ZrO	2,4 eV
LaB <sub>6</sub>	2,2 eV

Pro zvýšení účinku elektrického pole se hroty katod leptají, tak aby byl vrchol co nejostřejší. Leptání katod se provádí až na velikost krystalové roviny, či do rozměrů jediného atomu.

Vlastní tryska je tvořena z katody připojené k vysokonapěťovému zdroji a ze dvou za sebou následujících anod. První anoda má poměrný potenciál (obvykle 2 - 5 kV), kterým je řízen emisní proud. Druhá anoda je uzemněna.

#### Katody s emiterem LaB<sub>6</sub>

Výhodou tohoto emitéru je nízká výstupní práce (2,2 eV), čímž je zvýšena proudová hustota a směrová proudová hustota. Obvykle mikroskopy umožňují používat LaB<sub>6</sub> katodu namísto klasické termoemisní wolframové katody, avšak katoda nepracuje čistě v termoemisním režimu. Protože velikost krystalového hrotu bývá 1 – 10  $\mu$ m, je využit Shottkyho efekt ke snížení potenciálové bariéry. V tabulce 7 je uvedena životnost katody, která je oproti wolframové značně větší, také emisní parametry bývají minimálně o jeden řád lepší při obvyklé pracovní teplotě 1800 K.

Tabulka 7: Doba životnosti katody LaB<sub>6</sub>

Teplota [ŀ	(]	2093	1993	1893	1793
Doba života [	h]	17	105	813	7900

## Termoautoemisní aktivované katody

Tyto katody pracují při teplotách, kdy se začíná projevovat termoemise, ale principem se více blíží k autoemisním katodám. Aktivace spočívá v pokrytí povrchu katody atomární vrstvou jiného prvku, který důsledkem vzniklé vazby sníží výstupní práci elektronů. Obvykle se aktivuje wolframové vlákno a vyšší provozní teplota je použita k tomu, aby došlo k zamezení adsorpce. Provozní teplota obvykle bývá 1200 – 1800 K. Pro aktivaci je používán kyslík nebo zirkonium s kyslíkem. Obrázek 48 zachycuje termoautoemisní trysku aktivovanou ZrO, snímek je pořízen v SEM Tesla BS350.



Obr. 48: Termoautoemisní tryska

Porovnáním trysek se ukazuje, že autoemsní trysky mají lepší emisní proudové vlastnosti, dosahují menší úhlové apertury která bývá ~  $10^{-1}$  rad oproti termoemisním, které mají ~  $10^{-3}$ . Podstatnou nevýhodou autoemisních trysek je náročnost na vakuum, jak ukazuje tabulka 8.

Tabulka 8: Provozní hodnoty vakuua

Autoemie za pokojové teploty	10 <sup>-8</sup> Ра
Termoautemise	10 <sup>-6</sup> Ра
LaB <sub>6</sub>	10 <sup>-4</sup> Ра
Termoemise	10 <sup>-2</sup> Ра

### 3.2.2 Kondenzor

Elektronový svazek vycházející z katody je ovlivněn elektrostatickým polem Wehneltova válce a anody, proto vystupuje pod aperturním svazkovým úhlem  $\alpha_s$ s průměrem křižiště  $2r_k$  (obr. 49), které v předmětové rovině vytvoří disk o průměru  $2r_0$ . Sbíhavý svazek elektronů je definován úhlovou aperturou osvětlení  $\alpha_0$ , která charakterizuje "rovnoběžnost" osvětlovacího svazku.



Obr. 49: Parametry katodového svazku

Kondenzor soustřeďuje elektrony do křižiště, které je možno zobrazit v různé vzdálenosti od předmětové roviny (obr. 50) změnou proudu tekoucího vinutím kondenzoru. Pro dosažení vyšší kvality se používá k usměrnění svazku dvojitý kondenzor. Kondenzorovou clonou používanou v TEM lze omezit intenzitu svazku,

aby nedošlo k poškození preparátu, průměr clon se pohybuje v hodnotách desítek až stovek mikrometrů (100, 200, 300 μm pro TEM JEOL JEM–1010).



Obr. 50: Parametry kondenzorového svazku

## 3.3. Zobrazovací systém – TEM

Osvětlovací systém má za úkol osvítit preparát požadovaným průměrem svazku s požadovanou úhlovou aperturou a proudovou hustotou. Zobrazovací soustava vytváří zvětšený obraz elektronového svazku prošlého preparátem, který nese informaci o jeho vnitřní struktuře.

### 3.3.1 Objektiv

Objektiv je nejdůležitější částí zobrazovací soustavy TEM, na jeho vlastnostech závisí dosažitelná rozlišovací schopnost. Omezení rozlišovací schopnosti je dáno především velikostí sférické vady, která klesá se zmenšující se ohniskovou vzdáleností objektivové čočky a maximální úhlovou aperturou objektivu danou průměrem objektivové clony (obr. 51 – levý diagram zobrazuje průměr křižiště, pravý jej zanedbává).

### TEM



Obr. 51: Paprskový diagram objektivu

Změnou průměru objektivové clony se dá zmenšit poškození preparátu elektronovým svazkem, ale za cenu snížení jasu snímaného obrazu, průměr clon se pohybuje v desítkách mikrometrů (20, 50, 80 µm pro JEOL JEM–1010). Objektivová clona také plní funkci pohlcování elektronů odkloněných interakcemi v preparátu, clonou pronikají pouze elektrony odchýlené po určitý úhel.

## 3.3.2 Projektiv

Projektiv slouží k dosažení požadovaného celkového zvětšení v celém jeho rozsahu, protože ostatní čočky mají obvykle pevně nastavené zvětšení. K tomuto účelu se používá změny ohniskové vzdálenosti, což vyvolá rozostření obrazu při změně zvětšení. Při minimálním zvětšení se projevuje vliv zkreslení a při maximálním, kdy je ohnisková vzdálenost nejkratší, se především projevuje vliv chromatické vady. Zkreslení projektivu je důsledkem sférické vady a pro minimální zvětšení jej nelze dostatečně kompenzovat, proto je u elektronových mikroskopů udáváno minimální zvětšení, při němž je zaručeno příslušné rozlišení (pro JEOL JEM–1010 to je 5000×). Pro dosažení vyšší kvality se používají dva projektivy - pomocný a hlavní, kde pomocný projektiv mění zvětšení v celém rozsahu a hlavní projektiv je nastaven na pevnou hodnotu zvětšení.

#### 3.3.3 Stínítko

K přímému pozorování je používáno luminiscenčních materiálů s účinností ~ 5 – 25 %, které pracují na principu katodoluminiscence. Stínítko je obvykle vyráběno z polykrystalického luminiscenčního materiálu. Rozlišovací schopnost je dána především rozptylem elektronů a rozptylem světla. Tloušťka luminiscenční vrstvy má minimální hodnotu pro dané urychlovací napětí, protože by část elektronů dopadla bez užitku na kovovou podložku stínítka.

Hlavní stínítko je umístěno kolmo k primárnímu svazku elektronů, vedle toho je mikroskop vybaven malým stínítkem, které je vůči primárnímu svazku umístěno pod určitým úhlem, aby bylo možno jej pozorovat binokulárem s obvyklým zvětšením 10 – 12 krát. Stínítko je používáno pouze pro rychlé hledání při zvětšeních do 100 000, protože pak dochází k extrémnímu poklesu jasu.

## 3.3.4 Kamera

Pro záznam obrazu je používáno CCD (Charge Coule Device) kamer a fotografický záznam. Snímání obrazu fotografickou cestou je postupně vytlačováno CCD kamerami, přesto je nadále používáno, protože dosahuje nejvyšší rozlišovací schopnosti. Citlivost fotografování stoupá se vzrůstajícím urychlovacím napětím, až do hodnoty kdy elektrony pronikají celou vrstvou. Citlivost fotografických materiálů používaných pro světlo je při použití v elektronové mikroskopii desetkrát menší, proto se v elektronové mikroskopii používají speciální materiály, které mají citlivost upravenou pro vlnové délky urychlených elektronů.

CCD snímače pracují na principu fotoefektu. V první fázi dojde k odsátí veškerého náboje ze snímače. V druhé fázi je přivedeno na elektrodu 1 kladné napětí a snímač se vystaví působení světla, kdy dopadající fotony vytváří v polovodiči elektron-díra páry. Elektrony jsou přitahovány k elektrodě 1, která je od polovodičové vrstvy oddělena nevodivou vrstvou SiO<sub>2</sub>. Díry jsou přitahovány k záporné elektrodě (obr. 52). Zelená tečkovaná čára znázorňuje hranice pixelu.



Obr. 52: Vytváření náboje v CCD snímači

Po ukončení expozice dochází v třetí fázi ke sběru elektronů z jednotlivých pixelů. Sběr elektronů je prováděn snižováním napětí na elektrodě 1, vedle toho je na elektrodě 2 zvyšováno napětí (obr .53), které přitahuje elektrony. Tento proces se poté děje mezi elektrodou 2 a 3. Celý cyklus se opakuje dokud nejsou odebrány elektrony ze všech pixelů. Elektrony vytváří na výstupu CCD snímače proud který je zesilován a dále zpracován pro digitální přenos.



Obr. 53: Posun náboje na výstup CCD snímače

Pro elektronovou mikroskopii jsou používány CCD snímače ve spojení se scintilátory (obr. 54), například YAG krystalem (uměle vytvořený krystal granátu), nebo GOS fosforem (gadolinium oxy-sulfid). Optická vlákna přenáší fotony bezeztrátově přímo na CCD snímač, nebo je použito ostřící čočky, která vykazuje světelné ztráty. Kamery navíc mohou být chlazeny Peltierovým článkem, aby byl snížen šum snímače. Šum je snižován také pomocí metody binning, což je sdružování pixelů do matice 2×2 nebo 4×4. Tím se zvětší kapacita jednoho takto vytvořeného pixelu.



Obr. 54: CCD snímač s YAG scintilátorem

CCD kamera se umisťuje v elektronovém mikroskopu buďto místo zásobníků na filmy nebo do prostoru nad stínítko. Umístění pod stínítkem je určeno pro kamery s vysokým rozlišením, protože zde 3) vytvořený obraz je více zvětšen, než obraz nad stínítkem 1). Tak lze při stejné velikosti pixelu navýšit jejich počet na snímanou plochu (obr. 55).



Obr. 55: Umístění kamery (3-vysokorzlišovací)

Kamera MegaViewIII naznačená na pozici 1) je používána v elektronovém mikroskopu JEOL JEM–1010, rozlišení je  $1376 \times 1032$  pixelů, lze aplikovat bining, barevná hloubka 12 bit, minimální počet snímků za sekundu 10 (dvojnásobný s použitím biningu 2 × 2), nepoužívá chlazení snímače, scintilátor je vyroben z fosforu optimalizovaného pro elektrony s energií 100 keV a zasouvání kamery je provedeno pneumatickým posuvem.

### 3.4. Zobrazovací systém – SEM

Osvětlovací systém má za úkol soustředit urychlené elektrony do minimálního průměru křižiště. Zobrazovací systém formuje svazek s požadovanými parametry (úhlová apertura, průměr křižiště, proudová hustota) a zajišťuje osvícení povrchu preparátu rastrovacím způsobem.

#### 3.4.1 Vychylovací cívky

Svazek primárních elektronů je vychylován ve dvou na sebe kolmých osách. Pro vychylování primárního svazku elektronů se používá pro každý směr dvojice cívek, tím se snižují optické vady zobrazení. Skenování po povrchu preparátu se děje po řádcích, které jsou tvořeny napájením vychylovacích cívek ze zdroje pilového napětí. Frekvence pilového napětí v řádkovém kmitočtu je vyšší než frekvence snímkového kmitočtu. Signál budící vychylovací cívky také synchronizuje tvorbu obrazu ve zobrazovací jednotce (obrazovka, monitor).

## 3.4.2 Objektiv

Objektiv je nejdůležitější částí zobrazovací soustavy SEM, na jeho vlastnostech závisí dosažitelná rozlišovací schopnost. Omezení rozlišovací schopnosti je dáno především velikostí sférické vady, která určuje minimální průměr křižiště. Sférická vada, klesá se zmenšující ohniskovou vzdáleností objektivové čočky a maximální úhlovou aperturou objektivu danou průměrem objektivové clony (obr. 56 – levý diagram zobrazuje průměr křižiště, pravý jej zanedbává).

#### SEM



Obr. 56: Paprskový diagram objektivu

Změnou průměru objektivové clony se mění proudová hustota, proto obvykle SEM pracují pouze s jednou velikostí průměru clony určenou výrobcem (30μm pro JEOL JSM–7401F, k seřizovacím účelům je možno použít clony 50, 70, 110, 1000 μm).

## 3.4.3 Detektor

Pro detekci elektronů je nejčastěji používáno scintilačních počítačů s fotonásobičem označovaných jako ET podle Everharta a Thornleye, kteří je zkonstruovali. Detektor se skládá ze scintilačního krystalu nebo fluorescenční látky, jež vytvářejí dopadem elektronů fotony viditelného světla. Takto vzniklé fotony jsou vedeny světlovodem na fotokatodu, z které jsou vnějším fotoelektrickým jevem uvolňovány elektrony. Elektrony jsou urychlovány k elektrodě – dynodě, na níž je kladný potenciál. Dopadem elektronů na dynodu jsou vyráženy sekundární elektrony, které postupují k další dynodě, jež má vyšší potenciál. Z poslední elektrody – anody je přes oddělovací kondenzátor odebírán detekovaný proud (obr. 57).



Obr. 57: Princip scintilačního počítače s fotonásobičem

Jako scintilátory jsou nepoužívanější monokrystaly na bázi ytrium-hliník-granátu, jehož zástupcem je YAG s maximální vlnovou délkou emisního světla 550 nm nebo krystaly na bázi ytrium-křemík-kyslíku s maximální vlnovou délkou 415 nm.

V ET detektorech se používá mřížky kolektoru, kterou lze vybírat nastavením přiloženého napětí vůči preparátu detekci sekundárních nebo zpětně odražených elektronů. Pokud bude použito napětí -100 V, zamezí se přístupu sekundárních elektronů. Při kladném napětí budou sekundární elektrony naopak přitahovány, ale s nimi i část odražených elektronů.

Na přírubě scintilátoru je aplikováno kladné napětí 10 kV, protože sekundární elektrony vyvolají záblesky, když mají přibližně tuto energii. Povrch scintilátoru je potažen tenkou vrstvičkou hliníku (1 μm), na kterou je přivedeno uvedené napětí a která zároveň funguje jako zrcadlo pro fotony směrované do scintilátoru. Na obr. 58 je vyfocen popsaným způsobem pracující ET detektor v elektronovém mikroskopu JEOL JDM–6300.



Obr. 58: ET detektor

Pro detekci RTG záření jsou používány počítače plněné plynem. Jde o dutý kovový válec se dvěma okénky v plášti, kudy vnikají a vychází fotony RTG záření. V ose válce je natažen mezi dvěma izolátory tenký drátek, na který je přivedeno kladné stejnosměrné napětí (1000 – 2000 V) a záporný pól je spojen s pláštěm válce (obr. 59). Vniknutím RTG záření do počítače vznikají elektrony a kladné ionty, které jsou přitahovány k příslušným elektrodám. Na tenký drátek jsou přitahovány elektrody, jež jsou odvedeny k dalšímu zpracování přes vazební kondenzátor.



Obr. 59: Počítač plněný plynem

Dalším zástupcem detektorů RTG záření jsou polovodičové detektory, které pracují na principu fotoefektu. RTG fotony vytvoří v polovodiči páry elektrondíra, jejichž množství je úměrné energii RTG záření. Jako základní materiál polovodičových detektorů je používáno velmi čistých krystalů křemíku a germania. I nejčistší polovodičové krystaly obsahují atomy bóru vytvářející polovodič typu P, který způsobuje šum. Negativní vliv bóru se odstraňuje difundováním stejné koncentrace atomů lithia pomocí elektrického napětí zapojeného v závěrném směru, tím vznikne čistý polovodič (intristický) – obr. 60.



Obr. 60: Řez krystalem polovodiče kompenzovaného lithiem

Zbylá tenká vrstva polovodiče P je pro detekci neúčinná a nazývá se mrtvá vrstva. Tento detektor je označován jako detektor typu PIN a pracuje ve funkci fotorezistoru.

# 3.4.4 Obrazovka

Obrazový signál je podobný televiznímu signálu, avšak liší se počtem obrazových řádků, čemuž je přizpůsobena obrazovka elektronového mikroskopu. Proud z detektorů je zesílen a modulován na obrazový signál v podobě jasové složky signálu. Digitální signál vzniká vzorkováním analogového obrazového signálu.

Kapitola 3 – čerpáno z [1 – 8, 10, 11, 12, 16, 17, 25]

## 4. Elektronový mikroskop – Provoz

## 4.1. Režimy TEM

Transmisní elektronový mikroskop je možno provozovat v klasickém režimu nebo v režimu difrakce. Za normálních podmínek je mezičočka zaostřena na první reálnou meziobrazovou rovinu objektivu. V podmínkách elektronové difrakce je mezičočka zaostřena na první difrakční obrazec. Objektivová aperturní clona musí být odstraněna, aby na ní nebyly zachytávány elektrony odkloněné difrakcí. Tímto způsobem dojde k zobrazení difraktovaných i primárních elektronů na stínítku. Pomocí selekční clony je možno vybrat z celkového obrazu jen určitou oblast vzorku, proto je takto uspřádaná selektivní difrakce nazývána mikrodifrakcí. Předností popsaného uspořádání je možnost kontrolního zobrazení té oblasti vzorku, která vytváří difrakční obrazec vymezený selekční clonou pouhým přeostřením mezičičky z prvního difrakčního obrazce na první reálný obraz. Obrázek 61 ukazuje v levé části normální režim a v pravé difrakční režim.



Obr. 61: Normální režim a difrakční režim

### 4.2. Seřízení TEM

Aby elektronový mikroskop nezobrazoval nereálné, ale skutečné informace je nutné jej seřídit. Postup seřízení je udán výrobcem specielně pro daný mikroskop.

Seřizovací procedura TEM JEOL JEM–1010 začíná seřízením kondenzorového astigmatismu s vyjmutými clonami (kondenzorovou i objektivovou) při základním zvětšení 5000 krát. Pro seřizování kondenzorového astigmatismu je nutné podžhavit katodové vlákno do té míry, než se zobrazí na stínítku obraz křižiště katody namísto kruhového disku. Obraz křižiště se seřizuje tak, aby byl ideálně symetrický (obr. 62).



Obr. 62: Kondenzorový astigmatismus - obraz křižiště

Následuje vycentrování primárního svazku elektronů na střed optické osy, který je naznačen na stínítku.

V dalším kroku se vloží a centruje kondenzorová clona tím způsobem, že se zvětšuje průměr osvícené plochy průchodem přes minimum. Pokud je kondenzorová clona mimo optický střed, bude se osvícená plocha posouvat ze středu stínítka.

Posledním krokem je vložení a seřízení objektivové clony, která se objeví jako stín při nastavení menšího zvětšení elektronového mikroskopu. Stín se nastaví tak, aby byl symetrický kolem středu.

Nyní je možné vložit preparát a po zaostření se seřizuje objektivový astigmatismus. Seřízení objektivového astigmatismu se děje pomocí softwarově počítané rychlé Fourierovy transformace. Nekorigovaný objektivový astigmatismus je ve Fourierově transformaci vidět jako eliptický útvar světlých bodů (obr. 63). Zkorigovaný astigmatismus se objeví jako kruhový útvar světlých bodů a ideální zaostření objektu je, když kruhový útvar dosáhne maximální velikosti.



Obr. 63: Objektivový astigmatismus – biologický preparát

# 4.3. Seřízení SEM

Seřízení skenovacího elektronového mikroskopu spočívá v centrování objektivové clony podle pokynů výrobce. Necentrovaná objektivová clona se projevuje posunem obrazu při změně ostření.

Objektivový astigmatismus se seřizuje průběžně během práce s mikroskopem, protože jej ovlivňuje elektrostatické pole vznikající koncentrováním náboje na preparátu a s pohybem preparátu dochází ke značným změnám. Objektivový astigmatismus se projevuje tak, že při rozostřování obrazu se objekty "natahují" elipticky a ne kruhově, jak ukazuje obr. 64 pořízený skenovacím elektronovým mikroskopem JEOL JDM 6300.



Obr. 64: Objektivový astigmatismus - povrch oka mouchy
Jak bylo naznačeno, v SEM může docházet k hromadění prostorového náboje na povrchu preparátu, protože povrch není natolik vodivý, aby odvedl veškerý náboj. Nahromadění náboje se ve výsledném obrazu projevuje bílými řádky nebo posuvem části obrazu, jak je vidět na obr. 65.



Obr. 65: Prostorový náboj – končetina kloše

Velká proudová hustota soustředěná do malé plochy může ohřevem poškodit preparát tak, že vznikne na jeho povrchu patrná stopa po skenování elektronovým svazkem (66).



Obr. 66: Poškození povrchu elektronovým svazkem – povrch elektronického čipu

Kapitola 4 – čerpáno z [1, 3, 7, 8]

## 5. Internetová prezentace

Pro výuku jsem vypracoval opis bakalářské práce formou internetové prezentace s rozšířeným výkladem fyzikálních souvislostí. Internetovou prezentaci jsem vytvářel podle zásad jazyka XHTML 1.0 Transitional, který vznikl roku 2000. XHTML (extensibile hypertext markup language – "rozšířitelný značkovací jazyk pro hypertext") je značkovací jazyk pro tvorbu hypertextových dokumentů vyvinutý konsorciem W3C. Pro značkovací jazyky je specifické, že spolu s textem obsahují instrukce pro jeho zpracování. V případě XHML se jedná o elementy, které jsou odděleny od textu speciálními znaky: "menší než: <" a "větší než: >". Specifikace jazyka (zápis a atributy elementů) jsou definovány v souboru DTD (document type definition – "definice typu dokumentu"), jenž musí být spolu s verzí uveden na začátku každého XHTML dokumentu.

Pomocí kaskádových stylů CSS (cascading style sheets – "tabulky kaskádových stylů") je formátováno výsledné zobrazení jednotlivých elementů, což je smyslem kaskádových stylů. Kaskádové styly CSS1 vznikly roku 1997, nyní je internetovými prohlížeči podporována verze CSS2, která vznikla roku 1998. Styly jsou aplikovány na XHTML elementy jako atribut přímo uvnitř XHTML elementu nebo globálně v XHTML dokumentu či propojenými styly, které jsou definované v externím souboru. V Druhých dvou možnostech je odkazováno na jednotlivé elementy pomocí selektorů, které se zapisují do jednotlivých elementů jako atribut a jednoznačně identifikují jednotlivé XHTML elementy nebo skupinu XHTML elementů.

Stránky vytvořené v XHTML jsou statické a změna zobrazovaného obsahu je vyvolána načtením jiného XHTML dokumentu, proto je pro dynamické změny zobrazení použito interpretovaného (spuštění programu nevyžaduje překlad do strojového kódu) jazyka JavaScript. JavaSkript vznikl roku 1996 a je objektově orientovaný. Objekty jsou moduly, s jejichž daty lze pracovat skrze proměnné nazvané jako vlastnosti a je možno využívat jejich služby pomocí funkčního volání nazvaného jako metoda. Změnou hodnot jednotlivých vlastností a voláním jednotlivých metod prohlížeče je možno měnit obsah zobrazované stránky, aniž dojde k načtení dokumentu. Takové stránky jsou nazývány jako dynamické.

Kapitola 5 – čerpáno z [13, 14, 15, 20]

## Závěr

Fyzikální principy interakcí a technická řešení jsou popsány jednotnou formou do hloubky postačující potřebám výuky, avšak ne vyčerpávajícím způsobem. Jednotlivé podkapitoly mnohdy poskytují přehledný nástin dané problematiky, kterou by bylo možno zpracovat v samostatné publikaci. V případě hlubšího zájmu doporučuji přednášky a školení autorů uvedených v seznamu literatury, bližší informace lze nalézt na internetových stránkách CSMS (Česko-Slovenské mikroskopické společnosti) http://www.microscopy.cz

## Použitá literatura - zdroje:

- P. Bartl, A. Delong, V. Drahoš, I. Hrivňák, M. Rosenberg: Metody elektronové mikroskopie. Nakladatelství Československé akademie věd, Praha 1964
- [2] D. B. Williams, C. B. Carter: Transmission Electron Microskopy: A Textbook for Materials Science. Plenum Press, New York 1996
- [3] L. Eckertová, L. Frank, A. Delong, Z. Knor, V. Kolařík, J. Komrska, M. Láznička, M. Lenc, B. Lencová, F. Máca, M. Rozsíval, J. Wild: Metody analýzy povrchů Elektronová mikroskopie a difrakce. Academia, Praha 1996
- [4] V. Hulínský, K. Jurek: Zkoumání látek elektronovým paprskem. SNTL, Praha 1982
- [5] T. Kalina, V. Pokorný: Základy elektronové mikroskopie pro biology. Univerzita Karlova, Praha 1981
- [6] A. Beiser, M. Brdička, V. Frei: Úvod do moderní fyziky. Academia, Praha 1978
- [7] Servisní manuál: JEM 1010 Electron Microscope. JEOL Ltd., Tokyo 1995
- [8] Servisní manuál: JSM-7401F Field Emission Scannig Electron Microscope. JEOL Ltd., Tokyo 2005
- [9] L. Frank, Ústav přístrojové techniky AV ČR: Interakce elektronů s látkou.
  Podzimní škola: Základy elektronové mikroskopie (prezentace),
  Brno říjen 2005

- [10] I. Müllerová, Ústav přístrojové techniky AV ČR: Rastrovací elektronová mikroskopie s pomalými elektrony. Podzimní škola: Základy elektronové mikroskopie (prezentace), Brno říjen 2005
- [11] P. Wandrol, Ústav přístrojové techniky AV ČR: Rastrovací elektronový mikroskop v biologickém použití. Kurz elektronové mikroskopie: Biologické preparáty v elektronových mikroskopech (prezentace), České Budějovice říjen 2006.
- [12] L. Autrata, Ústav přístrojové techniky AV ČR: Detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii. Podzimní škola: Základy elektronové mikroskopie (prezentace), Brno říjen 2003
- [13] P. Pexa: Jazyky XHTML CSS DHTML WML. KOPP, České Budějovice 2006
- [14] P. Mikle: Referenční příručka DHTML dynamické HTML. UNIS Publishing, Brno 2001
- [15] E. M. Schurman, W. J. Pardi: Dynamické HTML v akci. Computer Press, Praha 2000
- [16] http://www.jeol.com
- [17] http://www.paru.cas.cz/structure/lem
- [18] http://www.bf.jcu.cz
- [19] http://www.fzu.cz
- [20] http://www.wikipedia.cz
- [21] http://slovnik-cizich-slov.abz.cz
- [22] http://www.ipt.arc.nasa.gov
- [23] http://www.physics.muni.cz
- [24] http://www.mff.cuni.cz
- [25] http://www.soft-imaging.de



Transmisní elektronový mikroskop JEOL JEM-1010



Skenovaní elektronový mikroskop JEOL JDM-6300



Skenovaní elektronový mikroskop JEOL JSM-7401F